

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

Autor: Florian KLUIBENSCHEDL

Bericht verfasst am: 8. März 2019

Versuchsdurchführung am: 08. März 2019

Gruppe, Matrikelnummer: 3, 11805747

Lehrveranstaltung: PR Allgemeine Chemie A

Institut: Allgemeine, Anorganische  
und Theoretische Chemie

Assistent: Viertl Wolfgang

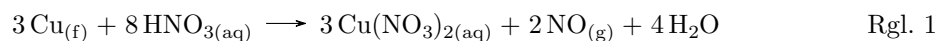
## **Zusammenfassung**

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

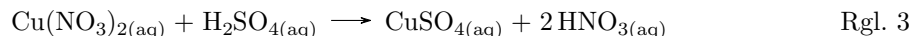
## 1.1 Theoretische Grundlagen

### 1.1.1 Motivation

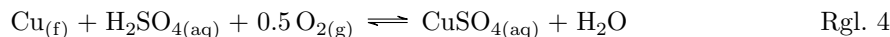
Bei Kupfer handelt es sich um ein unedles Metall der 11. Gruppe ( $\Delta E_{\text{Red}}^0 = 0.34\text{ V}$ ). Damit ist Kupfer unlöslich in Wasser und HCl. Das Nitrat-Ion der Salpetersäure ( $\Delta E_{\text{Red}}^0 = 0.96\text{ V}$ ) ist ein stärkeres Oxidationsmittel wie HCl und kann deswegen Kupfer unter Entwicklung von NO bzw.  $\text{NO}_2$  zu  $\text{Cu}^{2+}$  oxidieren. 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  $\text{H}_2\text{SO}_4$  umgesetzt und erwärmt, um  $\text{HNO}_3$  und den Rest der Schwefelsäure zu entfernen<sup>1</sup> - siehe 3. Lässt man eine wässrige Lösung von  $\text{CuSO}_4$  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 in großem Maßstab 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.

## 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. $\text{HNO}_3$	bezogen von
100 mL Becherglas	DURAN	2 M $\text{H}_2\text{SO}_4$	Vorrat
10 mL Messzylinder	DURAN	Kupferwolfe	Vorrat
Uhrglas $\varnothing = 10\text{ cm}$		deionisiertes Wasser	
Sandbad			

<sup>1</sup>der Siedepunkt von  $\text{HNO}_3$  (Sdpkt.:  $86^\circ\text{C}$ ) ist im Vergleich zu jenem von  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Sdpkt.:  $337^\circ\text{C}$ ) niedriger, weswegen sie zuerst verdampft

### 1.2.2 Versuchsdurchführung

Zunächst wurde 1 g elementares Kupferwolfe in einem 100 mL Becherglas abgewogen und mit 5 mL<sup>2</sup> einer 14.5 M HNO<sub>3</sub> versetzt. Nach dem Ende der Gasentwicklung blieb eine blaue Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2(aq)</sub> Lösung zurück. Zu dieser wurden 10 mL einer 2 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (entspricht einem in etwa 20 %-igen Überschuss) hinzugegeben. Das Gemisch wurde im Sandbad eingedampft, bis man einen trockenen, blauen Rückstand erhielt. Beim Eindampfen wurde ein Siedekapillare in die Lösung gegeben, um einen Siedeverzug möglichst zu verhindern. Der Rückstand 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<sup>3</sup>. Die Lösung wurde in ein Uhrglas gegeben und dort zur Kristallisation stehen gelassen.

### 1.2.3 Auswertung

Zunächst soll berechnet werden, welcher Anteil (n/n) der eingesetzten HNO<sub>3</sub> mit dem Kupfer reagiert hat. Die Rechenschritte werden im Folgenden dargestellt. Als zugrunde liegende Reaktionsgleichung wird dabei 1 angenommen.

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

$$n_{\text{HNO}_3, \text{reagiert}} = \frac{8}{3} * n_{\text{Cu}} = 0.0420 \text{ mol} \quad (2)$$

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

$$\alpha_{\text{HNO}_3} = \frac{n_{\text{HNO}_3, \text{reagiert}}}{n_{\text{HNO}_3, \text{gesamt}}} * 100 \approx 58 \% \quad (4)$$

Die in 1.2.2 angegebene Menge an verwendeter 2 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, um den 20 %-igen Überschuss zu erreichen, wird wie folgt berechnet:

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

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

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

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

<sup>2</sup>Messzylinder

<sup>3</sup>etwas unter 20 mL wurden zum Lösen verwendet

### 1.3 Ergebnisse und Diskussion

#### 1.4 Weitere Berechnungen bzw. Erklärungen

Wie bereits in 1.1.1 angemerkt, löst sich Kupfer nicht in HCl. Dies ist darauf zurückzuführen, dass HCl kein Oxidationsmittel wie beispielsweise  $\text{HNO}_3$  oder  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ist. Begründen kann man dies durch Anwenden der Nernstgleichung auf die entsprechende (theoretische) Lösereaktion.



Das Standardpotential dieser Reaktion lautet wie folgt:  $\Delta E^0 = -0.34 \text{ V}$ . Damit läuft die Reaktion bei Standardbedingungen nicht ab. Es verbleibt zu zweifeln, dass man auch durch Konzentrationsänderungen die Reaktion nicht erzwingen kann. Dazu wird die Nernstgleichung formuliert.

$$\Delta E = \Delta E^0 - \frac{R * T}{z * F} * \ln \frac{a_{\text{Cu}^{2+}_{(\text{aq})}} * a_{\text{H}_{2(\text{g})}} * a_{\text{Cl}^{-}_{(\text{aq})}}^2}{a_{\text{HCl}_{(\text{aq})}}^2 * a_{\text{Cu}_{(\text{f})}}} \quad (8)$$

Da zu Beginn der Reaktion kein  $\text{Cu}^{2+}_{(\text{aq})}$  und  $\text{H}_{2(\text{g})}$  vorliegt, können die Aktivitäten der beiden gleich eins gesetzt werden. Auch die Aktivität von  $\text{Cu}_{(\text{f})}$  ist per Definition eins. Gleichung (8) vereinfacht sich zu (9).

$$\Delta E = \Delta E^0 - \frac{R * T}{z * F} * \ln \frac{1}{a_{\text{HCl}_{(\text{aq})}}^2} \quad (9)$$

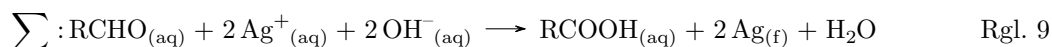
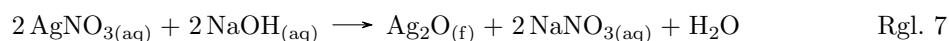
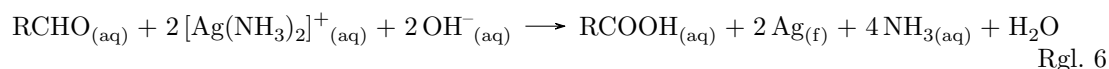
Wenn man nun die Konzentration von  $\text{HCl}_{(\text{aq})}$  erhöht, wird der Logarithmus negativ. Nun ist  $\Delta E^0 < 0$  und  $\frac{R * T}{z * F} * \ln \frac{1}{a_{\text{HCl}_{(\text{aq})}}^2} < 0$  und damit  $\Delta E < 0$ , was zu zeigen war. Die Reaktion läuft damit nicht ab. Dass auch eine Temperaturänderung nichts an diesem Ergebnis ändert, ist offensichtlich.

## 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 Bildung 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  $\text{H}^+$  gegen  $\text{Ag}^+$  ausgetauscht werden (Kationentauscher). Die eingelagerten  $\text{Ag}^+$  werden reduziert und bilden Anlagerungspunkte für in Lösung befindliches Ag. Es entsteht ein Silberspiegel.

#### 2.1.2 Ziel des Experiments

Einem Zentrifugenröhrchen 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	bezogen von
Zentrifugenröhrchen		Lösung 1: 13 g Zucker und 1.3 g auf 200 mL H <sub>2</sub> O	Vorrat
Pasteur-Pipette		Lösung 2: 2.7 g AgNO <sub>3</sub> auf 80 mL H <sub>2</sub> O	
		Lösung 3: 2 g NaOH auf 80 mL H <sub>2</sub> O	
		Lösung 4: 10 g Natriumcitrat auf 100 mL H <sub>2</sub> O	
		Lösung 5: Lösung 2 und 3 wurden im Verhältnis 1:1 (V/V) gemischt, der braune Ag <sub>2</sub> O Niederschlag wurde durch tropfenweise Zugabe von NH <sub>3</sub> gelöst	Vorrat
		Lösung 6: Lösung 1 und 5 wurden im Verhältnis 1:1 (V/V) gemischt	

### 2.2.2 Versuchsdurchführung

Die Lösungen 1 und 5 waren bereits wie in Tabelle 3 beschrieben vorbereitet. Es musste nur mehr Lösung 6 wie angegeben hergestellt werden. Diese wurde in ein mit deionisiertem Wasser ausgewaschenes Zentrifugenröhrchen transferiert. Nach ca. zwei Stunden hatte sich ein schöner Silberspiegel gebildet. Die Lösung wurde entfernt und im Schwermetallabfall entsorgt. Der Silberspiegel wurde mit deionisiertem Wasser gewaschen, um ihn beständiger zu machen.

## 2.3 Ergebnisse und Diskussion

Die entstandene Silberschicht im Zentrifugenröhrchen war nicht ganz so homogen und gleichmäßig wie erwartet. Auf einer Seite hatte sich ein glänzender Spiegel gebildet, auf der anderen Seite hingegen war dieser eher matt und brüchig. Beim Waschen mit Wasser lösten sich Teile von dieser Seite herunter. Außerdem hatte sich im unteren Teil des Zentrifugenröhrchens kein Silberspiegel gebildet. Die Lösung wurde zu Beginn nicht gut genug durchmischt, was eine ungleichmäßige Verteilung der Lösungen zur Folge hatte. Der brüchige Silberspiegel auf einer Seite kann durch unzureichende Reinigung des Zentrifugenröhrchens erklärt werden. Grundsätzlich könnte man eine dickere Silberschicht durch eine längere Wartezeit statt den zwei Stunden erreichen. In diesem Fall hätte es aber eher nicht dazu geführt, dass der Silberspiegel sich hätte besser und schöner ausbilden können.

Folgende Verbesserungen werden für eine erneute Durchführung vorgeschlagen:

- das Zentrifugenröhrchen besser reinigen
- die Lösung zu Beginn besser durchmischen

### 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 dazu also vortrefflich. Um eine solche Legierung herzustellen wird auf einer Kupferschicht elementares Zink abgeschieden und dieses dann kurz erhitzt.

##### 3.1.2 Ziel des Experiments

Das Ziel dieses Experiments ist, Kupfermünzen zu verzinken und anschließend durch Erhitzen eine Messing Legierung zu bilden.

#### 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 <sub>(f)</sub> -Plättchen	Vorrat
250 mL Becherglas		Zinkpulver	Vorrat
Bunsenbrenner		Ethanol	
Dreifuß		14 %-ige (w/w) HNO <sub>3</sub>	
Kupfermünzen		deionisiertes Wasser	
Tiegelzange			
große Kristallisierschale			

##### 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<sub>(f)</sub> hinzugegeben und gelöst. Unter Schwenken wurde über dem Bunsenbrenner bis zum Sieden erhitzt. Anschließend wurden 6 g zerstoßenes Zinkpulver hinzugegeben. Die nun heterogene Lösung wurde für weitere 3 min unter Schwenken 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 Magnetrührer 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) HNO<sub>3</sub> gegeben. Das Becherglas wurde nun wieder für 2 min geschwenkt (bei Raumtemperatur). Nach dem Abdekantieren der HNO<sub>3</sub>, wurden die Münzen mit deionisiertem Wasser

kurz gespült, auf ein Papiertuch gegeben<sup>4</sup> und vorsichtig in die zu Beginn vorbereitete, heiße Zinksuspension transferiert. Dabei wurde darauf geachtet, nicht zu viele Münzen in das Becherglas zu geben, um die Kontaktfläche der Münzen untereinander so gering wie möglich zu halten. Die ca. 60 °C heiße Lösung wurde für ca. 4 min geschwenkt, bis sich auf den Münzen eine schöne Zinkschicht gebildet hatte. Die Münzen wurden in ein mit deionisiertem Wasser gefülltes 100 mL Becherglas transferiert und mehrmals gewaschen. Alle Zinkabfälle bzw. mit Zink behafteten Papiertücher, ... wurden in einer großen Kristallisierschale gesammelt und im Abzug mit HCl versetzt, damit sich das elementare Zink auflöst<sup>5</sup>.

Ein Teil der versilberten Münzen wurde mit einer Tiegelzange bei mittlerer Hitze über eine Bunsenbrennerflamme gehalten. Es wurde gewartet, bis sich eine goldene Messingschicht ausbildete. Die Münzen wurden kurz in einem mit Wasser gefüllten 100 mL Becherglas abgekühlt.

### 3.3 Ergebnisse und Diskussion

Sowohl die Anlagerung von Zink an die Münzen als auch das Ausbilden der Messingschicht funktionierten sehr gut. Die Zinkschicht war bei allen Münzen an allen Stellen schön gleichmäßig vorhanden und die Messingschicht bildete sich bei allen Münzen problemlos.

---

<sup>4</sup>eine Berührung mit dem Fett der Finger wurde vermieden

<sup>5</sup>angefeuchtetes Zink kann mit Papier unmittelbar zum Brennen anfangen



## Reaktionsverzeichnis

Reaktion Rgl. 1 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 2 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 3 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 4 . . . . .	2
Reaktion Rgl. 5 . . . . .	4
Reaktion Rgl. 6 . . . . .	5
Reaktion Rgl. 7 . . . . .	5
Reaktion Rgl. 8 . . . . .	5
Reaktion Rgl. 9 . . . . .	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 . . . . .	2
2	Materialienliste Versilber von Glas, Quelle: Autor . . . . .	6
3	Materialienliste Verzinken von Münzen, Quelle: Autor . . . . .	7