

Silikate

Can-Carlo Dörtbudak

23. Mai 2004

1 Theorie

1.1 Theorie

Silikate sind eine große und viele verschiedene Elemente und Klassen umfassende Gruppe von Materialien. Prinzipiell sind Silikate Polykondensationsprodukte von Kieselsäure. Allgemeine Klassen sind die folgenden:

Insel-Silikate	SiO_4^{4-}	(Neso)
Gruppen-Silikate	$Si_2O_7^{6-}$	Soro
Ring-Silikate	$[SiO_3^{2-}]_{3-12}$	Cyclo
Ketten-Silikate	$[SiO_3]_n^{2n-}$	Ino
Band-Silikate	$[Si_4O_{11}]_n^{6n-}$	Ino
Schicht-Silikate	$[Si_2O_5]_n^{2n-}$	Phyllo
Gerüst-silikate	divers	Tecto

Es gibt noch viele verschiedene Summenformeln und Strukturen, aber an dieser Stelle genügen die prinzipiellen Strukturen der Silikate.

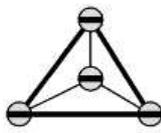


Abbildung 1: Inselstruktur

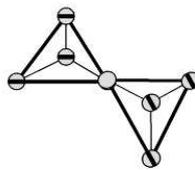


Abbildung 2: Gruppenstruktur

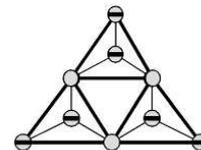


Abbildung 3: Ringstruktur

Wichtige Silikate sind die Gerüstsilikate, welche oftmals dotiert mit Fremdatomen auftreten. Z.B. Aluminosilikate, welche mit Aluminium dotiert

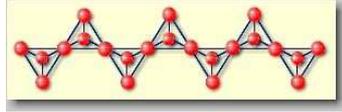


Abbildung 4: Kettenstruktur

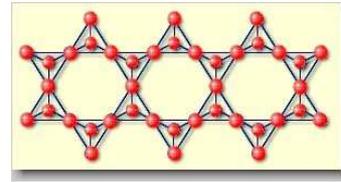
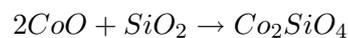


Abbildung 5: Bandstruktur

sind. Die Gerüstsilikate dienen häufig als Molekularfilter wg. ihrer ausgeprägten, symmetrischen Raumausdehnung. Die bestimmten Porengrößen ermöglichen es, in der Käfigstruktur verschiedene Stoffe gezielt zu halten. Ein weiterer wichtiger Vertreter der Nitridosilikate ist das Si_3N_4 , ein Hochleistungskeramik, welches sehr hart und hitzebeständig ist.

Alle oxidischen Silikate haben die Eckverknüpfungen als einzige Bindungsmöglichkeit gemeinsam, alle anderen Verknüpfungen würden das Gitter zu stark verzerren und ist deswegen nicht möglich. Nitridosilikate bilden hierbei eine Ausnahme, sie sind auch Kanten- und Flächenverknüpft zu finden.

2 Reaktion



3 Versuchsdurchführung

Die Reaktion wird aus einem fest/fest Gemisch hergestellt. Vorab muss das $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in das Hydroxid überführt werden, Dazu löst man das Cobaltchlorid in Wasser auf und fällt anschließend die himbeerfarbene Lösung mit 2N NaOH. Sobald der pH im alkalischen Bereich ist, fällt ein lila Niederschlag. Nach vollständiger Fällung wird der Überstand abfiltriert und das $\text{Co}(\text{OH})_2$ chloridfrei gewaschen. Das feuchte Produkt wird im Trockenschrank getrocknet, die Farbe der Substanz ändert sich in Braun, das Oxid wurde gebildet. Während des Fällens des Cobaltoxids wird im 500°C Ofen das SiO_2 gereinigt und wasserfrei gemacht. Nach dem Abkühlen wird das Aerosil mit dem Cobaltoxid fest verrieben. Die fest/fest Mischung wird im Anschluß daran für 3 Tage bei 850°C im Ofen erhitzt. Jeden Tag einmal muss

der festgebackene Kuchen verrieben werden um eine gleichmäßige Reaktion zu erreichen. Als Produkt erhält man ein lila farbenes Pulver.

4 Rechnungen

$$\begin{aligned}m(\text{SiO}_2) &= 1\text{g}, M(\text{SiO}_2) = 60.0\text{g mol}^{-1} \Rightarrow n(\text{SiO}_2) = 16.7\text{mmol} \\ \Rightarrow 2n(\text{CoCl}_2 * 6\text{H}_2\text{O}) &= n(\text{SiO}_2) \Rightarrow n((\text{CoCl}_2 * 6\text{H}_2\text{O})) = 33.4\text{mmol} \\ &\Rightarrow n((\text{CoCl}_2 * 6\text{H}_2\text{O})) = 33.4\text{mmol} \\ M(\text{CoCl}_2 * 6\text{H}_2\text{O}) &= 175\text{g mol}^{-1}, m(\text{CoO}) = M * n = 5.85\text{g}\end{aligned}$$

D.h. eine Mischung aus 5.85g CoO und 1.00g SiO₂ ergeben die richtige stöchiometrische Menge an Edukt für die Reaktion.

5 Ausbeute

Die theoretisch zu erwartende Menge an Produkt ist 16.7mmol, das entspricht einer Menge von $n_{Prod.} * M_{Prod.} = 16.7\text{mmol} * 209.9\text{g mol}^{-1} = 3.51\text{g}$, das tatsächliche Gewicht liegt bei 1.45g. Das entspricht einer Ausbeute von 41%. Die geringe Ausbeute liegt wahrscheinlich an der Resten der Substanz, die im Tiegel verblieben sind und sich nicht mehr vom Tiegel lösen lassen.

6 Auswertung der Substanz

Die Analyse der Probe erfolgt über Röntgendiffraktometrie. Hierbei wird die Substanz gemessen und mit einer Referenz verglichen. Es werden die Intensitätsmaxima der Probe, welche jeweils einer Netzebene zugewiesen werden können, verglichen mit den Referenzwerten für die entsprechende Substanz.

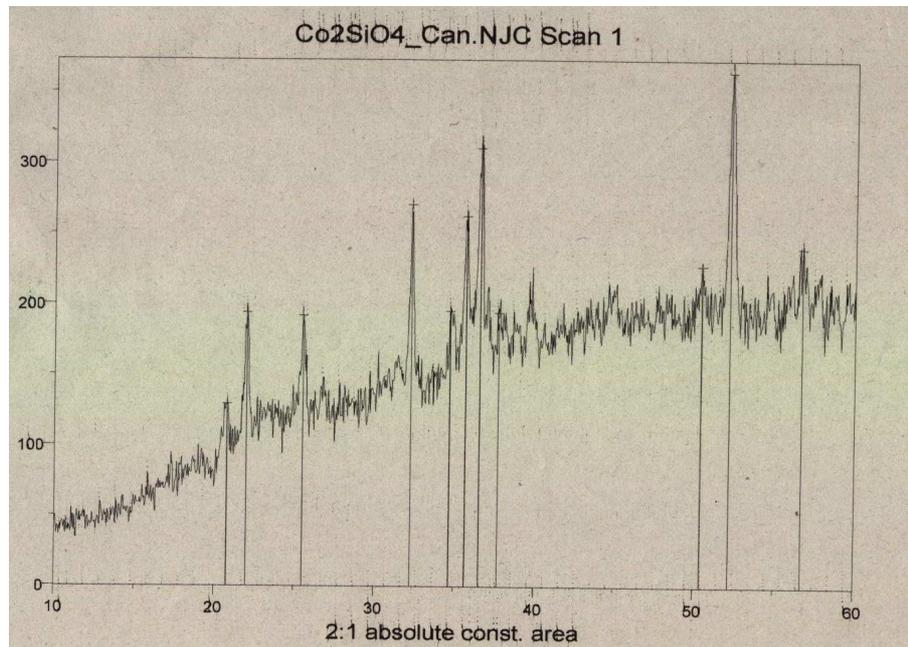


Abbildung 6: Ergebnis der Röntgendiffraktometrie, jeder Peak entspricht einer Netzebene. Auf der X-Achse ist der Winkel relativ zu 2θ aufgetragen. (Gemäss der Bragg-Beziehung $n\lambda = 2d\sin\theta$). Auf der Y-Achse ist die Intensität aufgetragen. Die Intensität wird dabei relativ zu stärksten Peak bemessen.

No.	d	°-Para.	°-Cog	I-Rel	d-Ref.	I-Rel Ref.
10	1,7507	52,2062	52,2051	100		
7	2,4555	36,565	36,5463	85	2,469	100
4	2,7727	32,2602	32,2701	74	2,79	90
6	2,5148	35,6738	35,7234	72	2,53	75
11	1,6219	56,7108	57,3955	66		
9	1,8088	50,4109	47,0684	62		
5	2,5821	34,7132	34,8479	54		
2	4,0381	21,9941	21,9753	53		
3	3,4879	25,5181	25,3839	53	3,516	80
8	2,3815	37,7436	38,839	53		
1	4,2723	20,7745	20,7084	35		

Die Tabelle enthält die Messergebnisse und die Referenzwerte, nach Intensitäten absteigend geordnet. Die vier stärksten Signale der Referenz wurden

dabei verglichen mit der Probe. Zum einen ist die generelle Tendenz der zu kleinen Meßwerte zu erkennen. Zum anderen sind vier Werte im Rahmen der Messungenauigkeit relativ gut passend zur Probe. Auf Grund der tendenziell generell zu niedrigen Werte Reihe für d und den passenden Peaks ist zu erkennen, dass das gewünschte Produkt entstanden ist. Aber am Graphen so wie an dem Wert mit der größten Intensität, der nicht zum Produkt passt läßt sich eine Verunreinigung der Substanz erkennen, welche nicht näher indentifizierbar ist.

7 Toxizität

Cobaltchlorid ist giftig T und umweltgefährdend N

8 Literatur

- Riedel, Anorganische Chemie, deGruyter Berlin, 5.Auflage, 2002, S.532ff.
- J. Huheey, Anorganische Chemie, deGruyter Berlin, 2.Auflage, S. 289ff.
- Holleman-Wieberg, Lehrbuch der anorganischen Chemie, 101.Auflage, 1995, deGruyter Berlin, S.918ff.