

# AC II Praktikum SoSe 04

Julia Blechinger  
Saal K  
Assistent: Holger Emme  
Durchführung: 26.4.04

## Protokoll zur Präparatengruppe 1: Elemente / Intermetallische Verbindungen Darstellung von $\text{Cu}_{31}\text{Sn}_8$ (Bronze)

### I. Theoretischer Hintergrund

Bei metallischen Mehrstoffsystemen spricht man von Legierungen. Eine Legierung kann homogen (mit einheitlichem Kristallgitter) oder heterogen (aus mehreren metallischen Phasen) sein.

Um Legierungen darstellen zu können muss man die entsprechenden Metalle miteinander mischen.

Dies ist nur im geschmolzenen Zustand möglich. Durch eine unterschiedliche Wahl der Reaktionsbedingungen können aus den selben Edukten unterschiedlichen Legierungen entstehen.

Um die Legierung im gewünschten Mischungsverhältnis zu erhalten, muss das stöchiometrische Verhältnis der Metalle, die Schmelztemperatur und die Temperatur bei welcher getempert wird (ermöglicht, dass sich die Atome gleichmäßig anordnen) korrekt eingestellt werden.

Die benötigten Werte erhält man aus einem sogenannten Phasendiagramm welches die Reaktionsbedingungen für die unterschiedlichen Phasen angibt. Hierbei muss man auch auf den Verlauf des Diagramms achten. Es können z.B. Schmelzpunktminima an sogenannten eutektischen Punkten vorliegen an denen durch weiteres abkühlen nurnoch ein Stoff auskristallisiert. Weiterhin ist auf Dystektika (Schmelzpunktmaxima) und peritketische Punkte zu achten.

Die metallischen Phasen lassen sich in mehrere verschiedene Gruppen, je nach enthaltenen Metallen einteilen.

T<sub>1</sub>: typische Metalle der Hauptgruppen (z.B. Li, Na, K, Sr, Ba,...)

T<sub>2</sub>: typische Metalle der Nebengruppen (z.B. Co, Cu,...)

B: weniger typische Metalle (z.B. Hg, Ga, Zn, Cd, Sn,...)

<i>Metallgruppe</i>	<i>T<sub>1</sub></i>	<i>T<sub>2</sub></i>	<i>B</i>
<b>T<sub>1</sub></b>	Mischkristalle Überstrukturen Laves- Phasen		Zintl- Phasen
<b>T<sub>2</sub></b>			Hume-Rothery- Phasen
<b>B</b>			Mischkristalle

**Mischkristalle:** (z.B. AgAu)

Die Besetzung der Gitterplätze ist ungeordnet, statistisch. Man kann hier von einer „festen Lösung“ sprechen, da die Metalle in jedem Verhältnis vorliegen können.

Vorraussetzung hierfür ist ein geringer Radienunterschied der Atome, Isotypie der Metalle und nicht zu unterschiedliche Elektronegativitäten.

**Überstrukturen:** (AuCu)

Beim langsamen Abkühlen von Mischkristallen können die Atome eine geordnete Verteilung auf den Gitterplätzen einnehmen. Die Voraussetzungen hierfür sind die selben wie bei den Mischkristallen, nur die Radien der Atome sind geringfügig unterschiedlich.

**Laves- Phasen:** (z.B. KNa<sub>2</sub>)

Die Radiendifferenz ist für eine Mischkristallbildung zu groß. Es entsteht eine dicht gepackte Struktur, häufig mit der Zusammensetzung AB<sub>2</sub>. Die Struktur hängt nicht von der Elektronenkonfiguration oder der Elektronegativität ab.

**Zintl- Phase:**

Durch einen hohen Elektronegativitätsunterschied der vorliegenden Metalle entstehen intermetallische Phasen mit heteropolarem Bindungscharakter. Die Stöchiometrie und die Kristallstruktur entspricht hier den Salzen.

Bei der Zintl- Klemm- Konzeption geht man davon aus, dass das unedlere Metall Elektronen an das

edlere abgibt. Es entstehen somit Anionenteilgitter mit der Kristallstruktur des Elements mit der gleichen Valenzelektronenkonfiguration. (z.B. NaI kristallisiert im Diamantgitter)

### **Hume- Rothery- Phasen:**

Diese Phasen sind, je nach Verhältnis von Anzahl der Valenzelektronen (VE) zur Gesamtzahl der Atome (A), unterschiedlich zusammengesetzt. Somit gibt es hier eine große Phasenbreite. Man unterteilt in verschiedene Phasen mit unterschiedlichen Eigenschaften.

$\beta$  – Phase:  $\text{Cu}_5\text{Sn}$  (VE : A = 1,5)

$\gamma$  - Phase:  $\text{Cu}_{31}\text{Sn}_8$  (VE : A = 1,62)

$\varepsilon$  – Phase:  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  (VE : A = 1,75)

Bei der Darzustellenden Bronze handelt es sich somit um die  $\gamma$  - Phase dieser Verbindung.

## **II. Darstellung**

### **Durchführung:**

Elementares Kupfer und elementares Zinn werden im benötigten Verhältnis gemischt, gemörsert und in einen unglasierten Porzellantiegel gegeben. Um eine Oxidierung der Metalle im Ofen zu vermeiden wird eine Schutzschicht (Schutzschmelze) aus NaCl/KCl im Verhältnis 1:2 darübergeschichtet. Dieses Gemisch schmilzt eher als die Metalle und schließt sie somit im Ofen vom Sauerstoff ab. Die Schutzschicht wird nun zunächst mit dem Bunsenbrenner bzw. Gebläsebrenner verflüssigt, dann wird der Tiegel für 2h in bei  $800^\circ\text{C}$  erhitzt um die Metalle zu schmelzen. Dann wird der Tiegel bei Raumtemperatur abgeschreckt (ein auskristallisieren ungewünschter Phasen soll verhindert werden) und anschließend über Nacht bei  $550^\circ\text{C}$  getempert. Beim Tempern können sich die Atome im entsprechenden Kristallgitter gleichmäßig anordnen. Nach dem abkühlen der Schmelze wird das Produkt in Wasser ausgekocht. Die Schutzschmelze wird somit aufgelöst, die Bronze kann aus dem Tiegel entnommen werden.

### **Ansatz:**

Die Summenformel  $\text{Cu}_{31}\text{Sn}_8$  indiziert ein molares Verhältnis von:

Sn: 20,51%, Cu: 79,49%

Dies entspricht einem Gewichtsanteil von:

Sn: 32,53%, Cu: 67,47%

Eingesetzt wurden 3g Sn und 6,2g Cu.

### **Ausbeute:**

Es wurden 8,2 g der Legierung erhalten. Das entspricht 89,13 % der eingesetzten Menge.

Eine Literaturangabe zum Vergleich liegt leider nicht vor.

Die Verluste können dadurch erklärt werden, dass trotz Schutzschmelze ein Teil der Substanz oxidiert wurde. Das grau- bröselige Pulver hat sich beim auskochen vom „silbrig glänzenden Bronzetropfen“ gelöst und wurde nicht mit abgewogen.

### **V. Auswertung:**

Die Probe wurde mit Hilfe eines Pulver- Diffraktometers vermessen. Hierbei wird die pulverisierte Probe mit Röntgenstrahlen beschossen, die dabei entstehenden Signale werden gemessen und aufgezeichnet. Die Messergebnisse wurden mit bereits vorhandenen Referenzergebnissen verglichen.

<i>Verb.</i>	<i>d(A)</i>	<i>Int. (rel)</i>						
Cu <sub>10</sub> Sn <sub>3</sub>	1,12210	80,00	1,49800	80,00	2,11400	100,00	3,32000	80,00
Cu <sub>20</sub> Sn <sub>6</sub>	1,22740	12,70	1,50190	19,00	2,11590	100,00	3,32190	18,10
Cu <sub>40,5</sub> Sn <sub>11</sub>	1,22330	11,50	1,49830	7,00	2,11980	100,00	3,46020	9,10
Probe	1,37070	17,00	1,49250	22,00	2,11130	100,00	3,44190	10,00

Beim Vergleichen der Werte kann man erkennen, dass der Wert der Probe meist dem für Cu<sub>20</sub>Sn<sub>6</sub> am ehesten gleicht. Nur beim Wert für d(A) = 3,44190 liegt er eher am Wert für Cu<sub>40,5</sub>Sn<sub>11</sub>. Man kann davon ausgehen, dass die Probe tatsächlich Cu<sub>31</sub>Sn<sub>8</sub> enthielt, wenn auch durch elementares Kupfer verunreinigt.

### **IV.Sicherheitshinweise:**

Kupfer (elementar): kein gefährliches Produkt im Sinne der Richtlinie 67/548/EWG

Zinn (elementar): kein gefährliches Produkt im Sinne der Richtlinie 67/548/EWG

### **IV. Literatur**

M.Hansen: *Zweistoff-Legierungen* S.680ff

E. Riedel, *Anorganische Chemie*, W. de Gruyter Verlag, Berlin, New York, 5. Auflage 2002 S.187 ff