

# Protokoll

## - *Einlagerung von Kaliumacetat in Kaolinit* -

### Theorie:

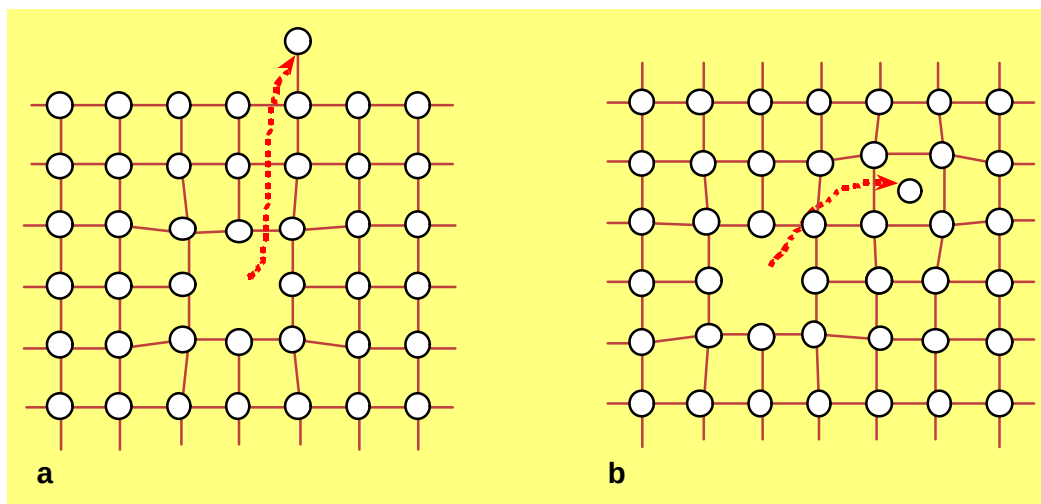
Man unterscheidet zwischen 4 verschiedenen Arten von Einlagerungsverbindungen,

- den Clathraten
- den Hägg – Phasen
- den interstitiellen Verbindungen
- und den Intercalationsverbindungen.

Clathrate (clatratus - vergittert) sind Käfigeinschlussverbindungen, z.B. in Zeolithe. Hierbei werden Ionen in die Hohlräume von Raumsilikaten eingelagert. Derartige Verbindungen werden als Ionentauscher eingesetzt.

Hägg-Phasen sind metallische Phasen, also kubisch dichteste Packungen von Metallatomen, bei denen in den Oktaederlücken B-, C-, N-, oder O oder aber in den Tetraederlücken H-Atome eingelagert werden.

Interstitielle Verbindungen (interstitium - Zwischenraum) spielen bei vielen wichtigen Prozessen eine Rolle, so zum Beispiel dem Photographieren oder bei der Dotierung von Stoffen in der Microchipherstellung. Interstitielle Atome besetzen keine regulären Gitterplätze im Kristall sondern Zwischengitterplätze. Dabei gibt es den sogenannten Frankel-Effekt, einen additiven Fehler im Kristallbau (b), also eine zusätzliche Einlagerung eines weiteren Atoms, und den Schottky- Effekt, einen subtraktiven Fehler (a), das Fehlen eines Atoms im Gitter.



Intercalationsverbindungen (intercalare – einschieben) sind nun Verbindungen, bei denen sich Atome und sogar kleine Moleküle zwischen den Schichten eines Schichtgitters einlagern können. Es bilden sich hierbei Verbindungen mit nicht stöchiometrischer Zusammensetzung aus.

Ein grosses Gebiet ist die Intercalation mit Graphit, erstmals beobachtet beim Aufquellen von Graphit in konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Auch der Kaolinit bildet ein Schichtgitter aus. Es handelt sich hierbei um eine Verbindung die durch „Kaolinisierung“ entsteht, einem Verwitterungsprozess in der Natur, bei dem Feldspäte,  $\text{M}[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$ , in Alumohydroxosilikate,  $\text{MAl}_2(\text{OH})_4[\text{SiO}_3]$ , überführt werden.

Jede Schicht im Schichtgitter des Kaolinites wird in zwei Regionen unterteilt, der Tetraederschicht, in der tetraedrisch koordiniert das Silizium an Sauerstoff gebunden ist, und der Oktaederschicht, in der oktaedrisch koordiniert die Aluminiumatome vorliegen, wobei die Oktaeder untereinander kantenverknüpft sind.

Man kann sich die Oktaederschicht als eine dichteste Packung aus den O-Atomen der Silikatschicht einerseits und den O-Atomen aus der OH-Schicht andererseits vorstellen, wobei in der oberen Schicht noch  $\frac{1}{3}$  aller Plätze mit O-Atomen von Hydroxogruppen besetzt sind.. Es sind nur  $\frac{2}{3}$  aller Oktaederlücken mit Al-Atomen besetzt. Die einzelnen Schichten werden untereinander durch Wasserstoffbrückenbindungen zusammengehalten.

Lagert man nun eine Substanz zwischen die Schichten ein, so weitet sich das Schichtgitter auf und die Wasserstoffbrücken werden geschwächt. Damit lassen sich die Schichten leichter gegeneinander verschieben und die Substanz wird leichter formbar. Anwendung fand das in der Herstellung von chinesischem Porzellan, dem Eierschalenporzellan. In Jauchegruben wurde in das Gitter Harnstoff eingelagert. Den entstandenen Ton konnte man besser formen und zu dünneren Gefässen verarbeiten.

Will man nun wissen, wieviel Substanz sich in eine gewisse Menge an Kaolinit einlagern lässt, so müssen der ursprüngliche Schichtebenenabstand und der aufgeweitete Abstand bekannt sein. Es lässt sich dann die Differenz, also die absolute Aufweitung berechnen:

$$\begin{aligned}\Delta c &= c_{\text{aufgew.}} - c_{\text{ursprüngl.}} \\ &= 14 - 7,15 \\ &= 6,85\end{aligned}$$

Des weiteren lässt sich die relative Aufweitung im Vergleich zum Ausgangszustand errechnen:

$$\Delta c/c_0 = 6,85 / 7,15 = 0,958$$

In eine bestimmte Menge an Kaolinit lässt sich dann ein Volumen von

$$V = V_0 \cdot \Delta c / c_0$$

$$= m / d_{\text{Kaol}} \cdot \Delta c$$

einlagern. Dies entspricht einer Masse an einzulagernder Substanz von:

$$m_{\text{Subst}} = m \cdot d_{\text{Subst}} / d_{\text{Kaol}} \cdot \Delta c / c_0$$

### Ansatz:

Es soll in 2g Kaolinit KOAc eingelagert werden, also eine Masse von

$$m_{\text{Subst}} = m \cdot \Delta c / c_0 \cdot d_{\text{Subst}} / d_{\text{Kaol}}$$

$$= 2\text{g} \cdot 1,8 \text{ g/cm}^3 \cdot 0,958 / 2,61 \text{ g/cm}^3$$

$$m_{\text{Subst}} = 1,32 \text{ g} \quad \text{Kaliumacetat.}$$

|              |                                          |       |
|--------------|------------------------------------------|-------|
| Kaliumacetat | $\text{H}_3\text{CCOOK}$                 | 1,32g |
| Kaolinit     | $\text{Al}_2(\text{OH})_4[\text{SiO}_3]$ | 2,00g |

### Durchführung:

Beide Substanzen werden im Mörser miteinander verrieben, mit wenig Kalilauge (pH 9) bis zum Entstehen eines Breies angefeuchtet, in ein Rollrandglässchen gegeben und verschlossen bei 60°C 3 Tage lang in den Trockenschrank gestellt.

Das Produkt wird in der Röntgendiffraktometrie vermessen um den neuen Schichtebenenabstand zu bestimmen.

### Ausbeute:

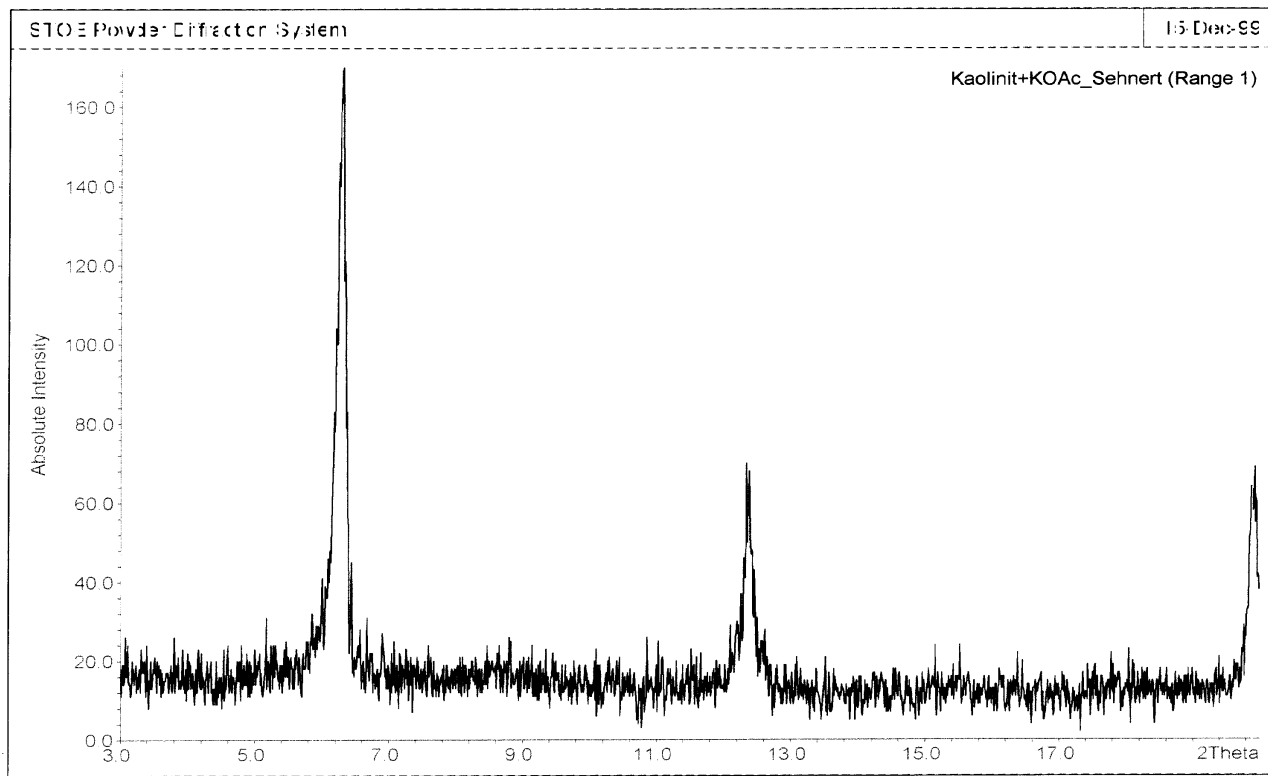
Da das Produkt noch feucht vermessen wird und auch keine stöchiometrische Zusammensetzung besitzt entfällt eine Berechnung der Ausbeute.

### Analytik:

| D         | 2Theta  | I (rel) | I (abs) | I (int) | FWHM   |
|-----------|---------|---------|---------|---------|--------|
| 14.045083 | 6.2879  | 100.00  | 159     | 0.00    | 0.1400 |
| 7.150222  | 12.3690 | 36.06   | 57      | 0.00    | 0.0100 |
| 4.460703  | 19.8880 | 40.25   | 64      | 0.00    | 0.0375 |
| 4.458218  | 19.8992 | 0.01    | 0       | 0.00    | 0.0375 |

Die Auswertung des Röntgendiffraktogrammes zeigt, dass es erfolgreich gelungen ist KOAc einzulagern, in der Probe liegen ca. 75% des Kaolinitis als Intercalationsverbindung vor.

### Spektrum:



## **Laborsicherheit:**

### Kaolinit:

R: -

S: -

### Kaliumacetat:

R: -

S: -

## **Literatur:**

Holleman-Wiberg,  
Lehrbuch der anorganischen Chemie, de Gruyter-Verlag, S.934-937

Römpf,  
Chemielexikon, Thieme-Verlag