

Protokoll

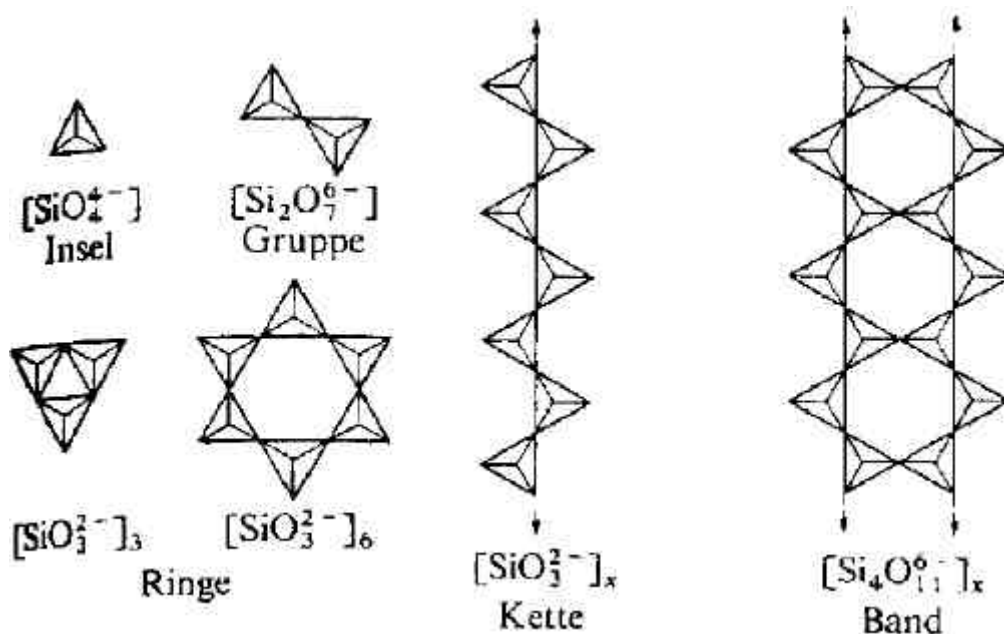
- Darstellung von Ni_2SiO_4 , Nickelsilikat -

Theorie:

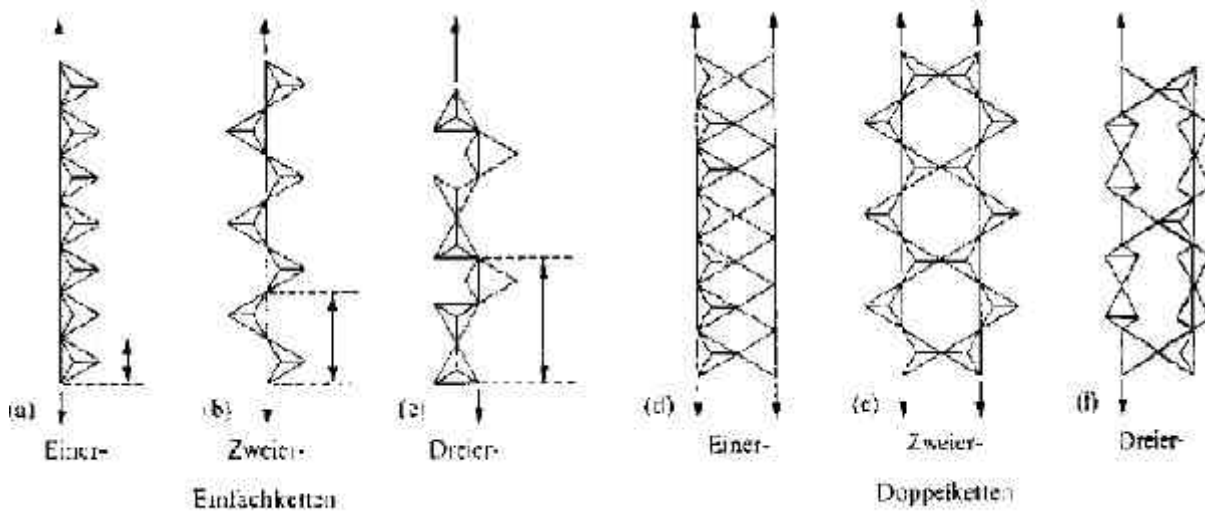
Die Verbindungsklasse der Silikate umfasst eine breite Spanne an Verbindungen, die daraus resultiert, dass Silikate aus den Polykondensationsprodukten der Kieselsäure bestehen. Einzige Ausnahme stellen die Inselsilikate dar. Grundsätzlich unterscheidet man die Silikate nach dem Ausmass der Kondensation und ordnet den folgenden Gruppen mit der jeweilig angegebenen allgemeinen Summenformel zu:

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

Die angegebenen Summenformeln beziehen sich allerdings nur auf die, hier dargestellten, häufigsten Verknüpfungsarten.



In der Natur kommen auch kompliziertere Bindungsmuster vor:



Strukturen von Einfach- und Doppelketten in Silikatmineralen.

In die Struktur der Raumsilikate lassen sich auch Heteroatome einlagern, im Falle der Zeolithe zum Beispiel das Aluminium, so dass die Alumosilikate entstehen. Statt des Aluminiums können auch ähnliche Elemente vorkommen, so gibt es auch Beryllsilikate und Borosilikate.

Auf diese Art und Weise lassen sich die Stoffeigenschaften der Silikate verändern, es entstehen Werkstoffe, die extremen Anforderungen gewachsen sind. Tauscht man zum Beispiel im Quarz jedes Sauerstoffatom gegen ein Stickstoffatom aus, so entsteht das Si_3N_4 , das als Hochleistungskeramik zum Beispiel im Flugzeugbau eingesetzt wird.

Keramiken werden allgemein aus Tonmineralien hergestellt. Diese werden zunächst aufgeschlämmt, entwässert, geformt und dann gebrannt. Es kommt zu einer Verfestigung des Materials, die Sintern genannt wird. Hierbei schmilzt die Oberfläche des Materials und es bilden sich komplizierte Mehrstoffsysteme in denen vielfache fest/fest und fest/flüssig – Reaktionen stattfinden.

Bei der Darstellung des Nickelsilikates wählt man eine fest/fest – Reaktion, man gibt ein stöchiometrisches Gemenge aus SiO_2 und NiO bei 1000°C in den Ofen. Da Oberflächenreaktionen langsam vonstatten gehen muss man drei Tage lang glühen.

Ansatz:

Siliciumdioxid	SiO ₂	0,63g	10,47mmol
Nickelchlorid-hexahydrat	NiCl ₂ *6 H ₂ O	4,54g	19,05mmol

Reaktionsgleichung:



Praktische Durchführung:

In einem Tiegel wird das SiO₂ bei 500°C ca. 1h lang ausgeglüht um es von flüchtigen Verunreinigungen zu befreien.

Aus dem NiCl₂ stellt man durch lösen in Wasser und Umfällen mit einem Überschuss an Alkalilauge frisches Ni(OH)₂ her, das abgenutscht und chloridfrei gewaschen wird. Der Niederschlag wird getrocknet und mit dem SiO₂ verrieben.

Das Gemisch wird für drei Tage bei 1000°C in den Ofen gestellt.

Um nicht abreagierte Bestandteile zu entfernen wird das Gemisch in ca. 2M HCl für 3h erhitzt, filtriert, gewaschen und getrocknet.

Es liessen sich 0,94g eines olivgrünen Pulver herstellen.

Ausbeute:

Aufgrund eines arbeitstechnischen Fehlers beim Waschen des Ni₂SiO₄ ist die Ausbeute an sauberem Ni₂SiO₄ gering.

$$\begin{aligned} m_{\text{theor}} &= 4,54\text{g} * 209,463 \text{ g/mol} / 2 * 237,69 \text{ g/mol} \\ &= 2,00 \text{ g} \end{aligned}$$

$$m_{\text{prakt}} = 0,94 \text{ g}$$

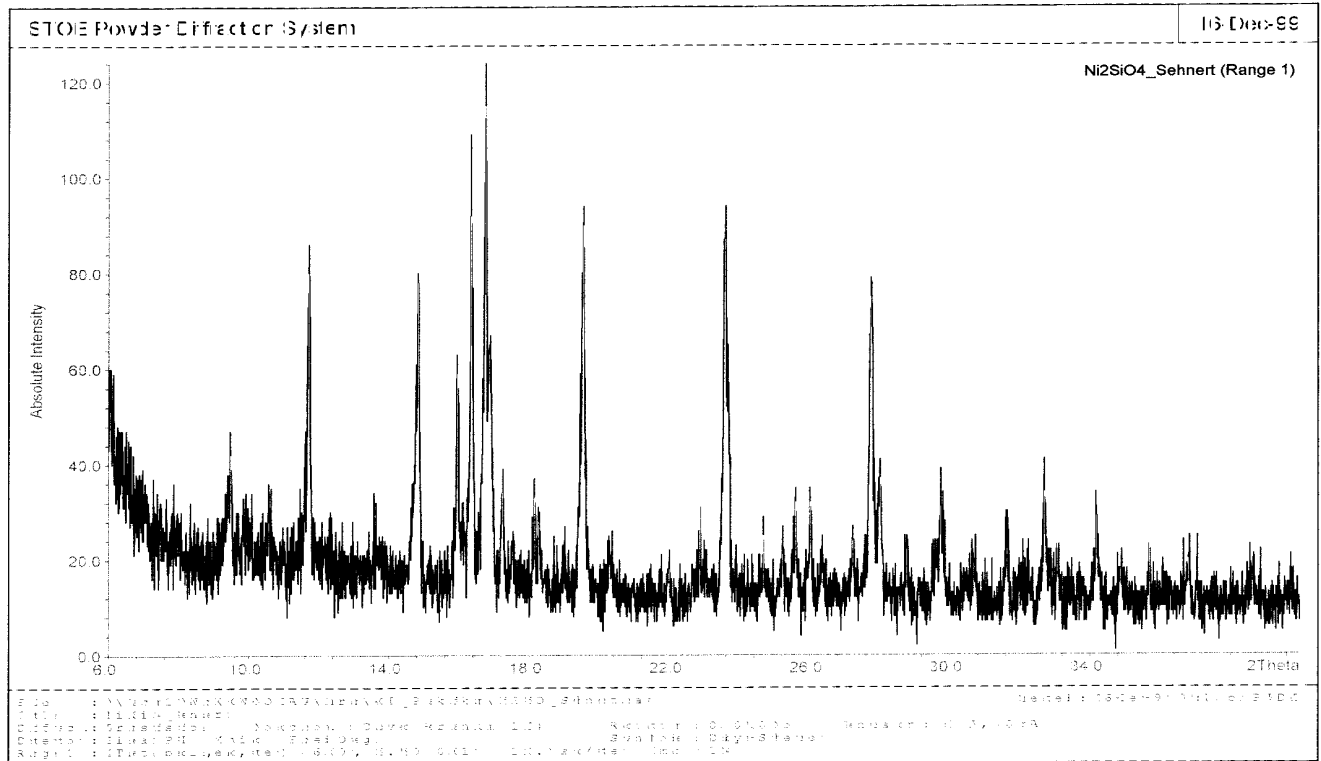
$$w = m_{\text{prakt}} * 100\% / m_{\text{theor}}$$

$$w = 47\%$$

Analytik:

Das Produkt wurde mittels Röntgendiffraktometrie nach dem Debye – Scherrer – Verfahren vermessen. Der Vergleich der Netzebenenabstände mit einer Referenz zeigt eine Übereinstimmung in 10 Peaks, deren Intensitäten in etwa dieselben Relationen zueinander haben wie bei der Referenz zeigt, das es

gelingen ist das Produkt herzustellen, dieses aber wahrscheinlich noch verunreinigt ist.



D	2Theta	I(rel)	I(abs)	I(int)	FWHM
4.289906	9.4842	36.51	42	0.00	0.0400
3.850371	10.5698	23.95	28	0.00	0.0163
3.472591	11.7235	69.49	80	0.00	0.0400
2.745803	14.8422	67.40	78	0.00	0.0600
2.555277	15.9558	51.38	59	0.00	0.0200
2.494171	16.3494	79.75	92	0.00	0.0300
2.433173	16.7621	100.00	115	0.00	0.0400
2.416766	16.8768	54.73	63	0.00	0.0100
2.366128	17.2407	29.19	34	0.00	0.0400
2.247452	18.1586	28.37	33	0.00	0.0100
2.232808	18.2787	24.28	28	0.00	0.0163
2.089097	19.5480	78.04	90	0.00	0.0600
2.012946	20.2952	16.48	19	0.00	0.0163
1.859918	21.9850	15.61	18	0.00	0.0163
1.789330	22.8637	29.48	34	0.00	0.0163
1.734985	23.5900	75.07	87	0.00	0.0400
1.660135	24.6700	21.31	25	0.00	0.0163
1.623875	25.2298	18.21	21	0.00	0.0163
1.600817	25.5994	27.53	32	0.00	0.0400
1.575731	26.0140	27.68	32	0.00	0.0100
1.555156	26.3643	14.74	17	0.00	0.0163
1.506155	27.2383	20.64	24	0.00	0.0163
1.478525	27.7574	65.07	75	0.00	0.0600
1.465435	28.0104	32.28	37	0.00	0.0400
1.427227	28.7762	19.12	22	0.00	0.0163
1.381611	29.7479	27.19	31	0.00	0.0100
1.340074	30.6923	16.48	19	0.00	0.0163
1.301287	31.6307	18.77	22	0.00	0.0163
1.259912	32.6980	29.91	34	0.00	0.0100
1.246070	33.0717	19.94	23	0.00	0.0163
1.206915	34.1770	25.50	29	0.00	0.0100
1.183783	34.8660	15.61	18	0.00	0.0163
1.157005	35.6998	19.94	23	0.00	0.0163
1.123198	36.8122	17.34	20	0.00	0.0163
1.072372	38.6244	14.74	17	0.00	0.0163

d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl
5.058	12	020	1.921	2	042
4.281	25	110	1.858	6	150
3.845	16	021	1.845	2	202
3.690	8	101	1.789	10	113
3.469	90	111	1.773	6	151
3.450	-	120	1.733	60	222
2.983	4	121	1.726	-	240
2.954	8	002	1.657	8	241
2.744	85	130	1.621	8b	061
2.551	40	022	1.618	8b	232
2.528	12	040	1.600	14	133
2.488	80	131	1.588	2	160
2.450	100	112	1.574	12	152
2.362	16	200	1.557	-	310
2.324	10	041	1.554	8	043
2.302	8	210	1.504	6	311,320
2.244	16	122	1.464	20	062
2.228	14	140	1.449	2	223
2.142	8	211,220	1.427	6	330
2.011	10	132	Plus 25 lines to 0.9973		

Referenzmessung

Messwerte der Probe

Literatur:

J.Huheey, E.Keiter, R.Keiter
Anorganische Chemie,
S.868-880

Holleman-Wiberg,
Lehrbuch der anorganischen Chemie, 101. Auflage 1995,
de Gruyter Verlag Berlin/New York
S.918-941

Laborsicherheit:

Siliciumdioxid:

R -

S -

Nickelchlorid-hexahydrat:

R 25 Giftig beim Verschlucken.

R 43 Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich.

S 24 Berührung mit der Haut vermeiden. Berührung mit der Haut vermeiden.

S 37 Geeignete Schutzhandschuhe tragen.

S 45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt zuziehen (wenn möglich Etikett vorzeigen).