Intermetallische Verbindungen

Darstellung von $\text{Cu}_{31}\text{Sn}_8$

Theoretischer Hintergrund:

Um Intermetallverbindungen herzustellen müssen beide Metalle miteinander vermischt werden. Um dies zu erreichen ist man gezwungen sie zu schmelzen und sie anschließend durch geeignetes Abschrecken in die gewünschte Zusammensetzung zu bringen. Es besteht aber auch die Möglichkeit, daß durch den Abkühlungsvorgang sich beide Reaktionspartner wieder entmischen und getrennt wieder kristallisieren.

Durch Anwendung von Phasendiagrammen, durch Wahl der Reaktionsbedingung und durch Einstellung der stöchiometrischen Zusammensetzung kann man die Verbindung des Produktes bestimmen. Besonders gut geeignet für diese Verfahren sind Metalle die in ihren Atomgrößen und ihren chemischen Eigenschaften Übereinstimmungen zeigen. Beispielsweise bilden Gold (AR 144,2pm) und Silber (AR 144,4pm) Mischkristalle beliebiger Zusammensetzungen.

Anders sieht es jedoch aus wenn unterschiedliche Atomgrößen vorliegen. Selbst dann wenn eine vollständige Mischbarkeit im festen Zustand möglich ist, so werden bei passender Zusammensetzung geordnete Strukturen bevorzugt. Kupfer (AR 127,8pm) bildet mit dem größeren Gold bei dem Verhältnis 1:3 geordnete Legierungen.

Die oben angesprochenen Phasendiagramme spielen bei der Darstellung gewünschter Intermetallverbindungen die Hauptrolle. Dabei muß man neben der Wahl der stöchiometrischen Verhältnisse auch auf den Verlauf eines Diagramms achten. Beispielsweise ergeben sog. eutektische Mischungen ein Schmelzpunkt-Minimum, an dem durch weiteres Abkühlen nur eine Abscheidung der zwei einzelnen reinen Stoffe erfolgt. Darüber hinaus existieren noch Schmelzpunktmaxima (Dystektika), sowie peritektische Punkte an denen bei bestimmter Temperatur die definierte Verbindung zerfällt (inkongruentes Schmelzen). Bei den meisten Diagrammen, wie auch in diesem findet man eine Vielzahl dieser charakteristischen Punkte, auf die bei einer Darstellung einer Intermetallverbindung besonders zu achten ist.

Durchführung:

In diesem Fall sollte eine Sn-Cu-Verbindung der Zusammensetzung $\text{Cu}_{31}\text{Sn}_8$ hergestellt werden. Aus dieser Formel läßt sich ein Mol-Anteil an Zinn von 20,5% ableiten, was einem Gewichtsanteil von 32,55% entspricht. Für diesen Versuch bemißt man ungefähr eine Gesamtmasse von etwa 6g. Bei einer Ausgangsmasse an Zinn von 2,0g (32,55%), errechnet sich daraus ein Gewicht an Kupfer von: $(2,0:32,55)*67,45=4,14\text{g}$ Dieses sorgfältig gemischten Edukte wurde in einem Tiegel bei $900^\circ\text{-}1000^\circ\text{C}$ 2 Stunden lang geschmolzen und anschließend bei 500°C über Nacht getempert.

Um Oxidationen an der Luft zu vermeiden wurde auf die Mischung der Metalle ein Salzgemisch aus NaCl und MgCl_2 im Verhältnis 1:1 gegeben, welches die Eigenschaft besitzt bereits bei 430°C zu schmelzen und sich somit als Schutzschmelze luftdicht über das, bei diesen Temperaturen empfindliche Metall zu legen. Da MgCl_2 als $\text{MgCl}_2*6\text{H}_2\text{O}$ vorliegt muß, bevor der Tiegel in den Ofen gestellt wird, das Kristallwasser mit einem Bunsenbrenner vertrieben werden.

Nach der erfolgten Reaktion wird der Tiegel in heißem Wasser ausgekocht, um das Produkt aus der Schutzschmelze zu entfernen.

Man kann nun mittels Pulver- Diffraktometrie die Zusammensetzung des Produktes bestimmen, indem man die Meßergebnisse mit bereits vorhandenen Referenzergebnissen

vergleicht. Bei dieser Analysemethode wird die pulverisierte Probe mit Röntgenstrahlen beschossen. Die dabei entstehenden Signale werden aufgefangen und ausgewertet.

Verb.	d(A)	Int. (rel.)	d(A)	Int. (rel.)						
Cu ₁₀ Sn ₃	1,221	80	1,498	80	2,114	100	3,32	80		
Cu ₂₀ Sn ₆	1,2274	12,7	1,5019	19,0	2,1159	100	3,3219	18,1	1,1142	10
Cu _{40,5} Sn ₁₁	1,2233	11,5	1,4983	7,0	2,1198	100	3,4602	9,1	1,1065	4,5
Probe	1,219936	14,82	1,496264	9,90	2,114727	100	3,476066	13,20	1,1046	9,24

Anhand dieser Daten läßt sich erkennen, daß die Werte der Cu_{40,5}Sn₁₁-Probe von der Messung am wenigsten abweichen. Auch in Bezug auf die stöchiometrischen Verhältnisse kommt sie der Formel Cu₃₁Sn₈ am nächsten.

Bei der gegebenen Werten der Cu_{40,5}Sn₁₁-Analyse wurde mit einer Wellenlänge von 1,540 gemessen, bei der jetzigen dagegen verwendete man eine Strahlung mit 0,7093. Die unterschiedlichen Werte in der Intensität der Reflexe könnten darauf zurückzuführen sein.

Literaturangaben:

Holleman-Wiberg: Lehrbuch der anorg. Chemie 101. Auflage
 Jürgen Evers: Script zu Vorlesung ACII