

Anorganisch Chemisches Praktikum II

Präparatengruppe 13: Intercalationskomplexe

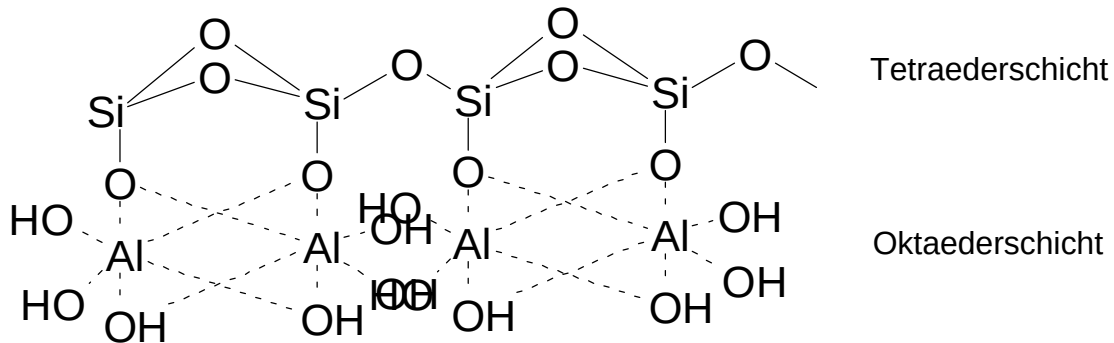
Kaolinit mit Kaliumacetat

1. Theorie

Es gibt zwei Arten von Intercalationsverbindungen: Interstitielle Einlagerung und Intercalationskomplexe. Bei ersteren werden kleine Atome wie H, N oder C in die Lücken von Metallgittern eingebaut, z. B. Hydride, Nitride, Carbide großer Übergangsmetalle (WC, TiC). Die Gitterkonstanten ändern sich hierbei nicht nennenswert ($\Delta V < 0,1 \cdot V$).

Bei den Intercalationskomplexen werden Moleküle mit starkem Dipolcharakter oder mit der Fähigkeit zur Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den Schichten von Schichtmolekülen oder zwischen Ketten von Kettenverbindungen eingelagert. Der Abstand zwischen den Schichten erhöht sich um den Platzbedarf der eingebauten Verbindung. Die Gitteraufweitung kann durch Röntgenstrukturanalyse bzw. Pulverrefraktographie ermittelt werden.

Kaolinit ($\text{Al}_2(\text{OH})_4[\text{Si}_2\text{O}_5]$) stellt ein besonders vielseitiges Wirtsgitter da. Das Mineral selbst gehört zu den Schichtsilikaten (Phyllosilikate). Die SiO_4 Tetraeder sind hier zu zweidimensional unendlichen Schichten verknüpft. Die Oktaederschicht wird formal durch das Aluminium gebildet, die alle zu einer Seite ausgerichtet sind.



Die einzelnen Schichten sind durch Wasserstoffbrückenbindungen verknüpft. Kaolinit bildet dünne sechseckige Blättchen, die sich aufgrund der nicht ganz gleichen Dimensionen der Oktaederschicht (kleiner) und der Tetraederschicht (größer) zu aus mehreren Blättchen bestehenden hohlen Fibrillen einlagern (Halloysit). Kaolinit wird für die Porzellanherstellung, als Füllstoff und als Ausgangsprodukt für Molekularsiebe verwendet. Es dient außerdem als Füll- und Trägerstoff für Medikamente, Insektizide, Herbizide, Düngemittel und als Absorbensmittel. Es kann künstlich in einem Hydrothermalverfahren aus Aluminiumhydroxid und Polykieselsäure hergestellt werden.

2. Einlagerung von Kaliumacetat

$$r(\text{Kaolinit}) = 2,61 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}; m(\text{Kaolinit}) = 1\text{g}$$

$$r(\text{KOAc}) = 1,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

$$V(\text{Kaolinit}) = \frac{m}{r} = \frac{1\text{g}}{2,61 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} = 0,383\text{cm}^3$$

$$d(\text{Kaolinit}) = 7,15 \text{ \AA}$$

$$d(\text{Kaolinit} + \text{KOAc}) = 14,01 \text{ \AA}$$

$$\Delta V = V(\text{Kaolinit} + \text{KOAc}) - V(\text{Kaolinit})$$

$$\Delta d = d(\text{Kaolinit} + \text{KOAc}) - d(\text{Kaolinit})$$

$$\frac{\Delta V}{V(\text{Kaolinit})} = \frac{\Delta d}{d(\text{Kaolinit})}$$

$$\Rightarrow \Delta V = V(\text{Kaolinit}) * \frac{\Delta d}{d(\text{Kaolinit})} = 0,368\text{cm}^3$$

$$m(\text{KOAc}) = \Delta V * r(\text{KOAc}) = 0,368\text{cm}^3 * 1,8 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 0,662\text{g}$$

3. Durchführung

In einem Mörser wurden 1g Kaolinit mit 0,73g Kaliumacetat(10% Überschuß) verrieben, in ein Präparateglas umgefüllt und mit ca. 5 ml einer KOH überschichtet, die aus 0,6g KOH(Fest) in 100ml Wasser hergestellt wurde. Das Präparat wurde drei Tage lang bei 60°C verschlossen im Trockenschrank stengelassen. Danach wurde die überstehende Lösung abdekantiert und die breiige Masse geröntgt.

4. Auswertung des Pulverrefraktogramms

Hierbei zeigte sich, daß der Versuch leider ein Fehlschlag war. Es ist zwar bei $d=7,15$ Angström ein sehr deutlicher Peak des Kaolinit zu sehen, aber leider zeigte sich kein Peak bei der zu dem Intercalationskomplex gehörenden Stelle.

Da bei anderen Praktikumsteilnehmern, welche das selbe Präparat herstellten, ebenfalls keine Intercalation beobachtet werden konnte, muß von einem systematischen Fehler ausgegangen werden. Mögliche Gründe könnten hierbei sein:

1. Die starke pH-Wert Abhängigkeit der Einlagerungsreaktion könnte, da die KOH nur grob hergestellt wurde, einen Grund darstellen.
2. Da Kaliumacetat sehr gut wasserlöslich ist, kann eine zu hohe Flüssigkeitsmenge das Kaliumacetat lösen und so die Intercalation unmöglich machen. Die verwendete Menge KOH von 3 ml war wahrscheinlich zu viel.
3. Die Kinetik der Reaktion könnte langsamer sein als angenommen, man hätte vielleicht erst nach Wochen ein Ergebnis gesehen.

4. Toxicologie

Keine Gefahren

5. Literatur

Holleman/Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, 101Aufl. S933-936