

Darstellung:

Um eine Ausbeute von 15 g zu erhalten werden 13,66 g Cu und 1,21 g Si in einem Tiegel innig vermischt. Um eine Oxidation des Produktes zu vermeiden, bedeckt man das Gemisch mit einer Schutzschmelze aus NaCl und CaCl₂ im Gewichtsverhältnis 1:2. Ein Gemisch dieser Zusammensetzung besitzt ebenfalls ein Eutektikum und schmilzt daher bei einer niedrigeren Temperatur als die Reinstoffe. Das Gemisch wird mehrere Stunden bei 1000°C im Ofen zum Schmelzen erhitzt und mehrfach umgerührt. Anschließend wird es über Nacht bei 600°C getempert. Dies hat den Zweck, daß sich das Gitter stabilisieren kann und Gitterfehler behoben werden. Je länger getempert wird, desto geordneter ist das Metallgitter. Nach beendetem Tempern wird der Regulus mit heißem Wasser von der Schutzschmelze befreit.

Ausbeute:

$$m(\text{theor.}) = 14,87 \text{ g}$$

$$m(\text{gef.}) = 14,35 \text{ g}$$

$$(14,35/14,87) \cdot 100 \% = \underline{96,5 \%}$$

Auswertung:

Von der fertigen Verbindung wurde ein Röntgendiffraktogramm zur Strukturanalyse erstellt. Die Beugung von Röntgenstrahlen an den Netzebenen eines Kristall- oder Molekülgitters genügt den gleichen Gesetzen wie die Beugung, die bei Licht oder Elektronen auftritt. Die Röntgenstrahlung besitzt eine hierfür passenden, besonders kleine Wellenlänge, so daß die Ebenenabstände im Kristall oder Metall Beugungseffekte hervorrufen.

Nach der Bragg-Bedingung

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

kann der Netzebenenabstand d berechnet werden. N ist hierbei die Ordnung der Interferenzmaxima (Peaks), λ ist die Wellenlänge der Röntgenstrahlung und θ ist der Beugungswinkel.

Bei einem Vergleich mit einem Referenzdiffraktogramm von Cu₅Si (γ) konnten folgende Übereinstimmungen der Peaks und ihrer Intensitäten festgestellt werden:

Präparat		Referenzwerte Cu ₅ Si (γ)	
D [Å]	Intensität (rel.) [%]	D [Å]	Intensität (rel.) [%]
2,07	100	2,07	100
1,97	66	1,97	80
1,09	32	1,10	30

Literatur:

- Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, Nr. 60, Cu, [B]; Weinheim; Verlag Chemie; 1966; 8. Aufl.; S. 883ff
- Hollemann-Wiberg, Lehrbuch der anorg. Chemie; Berlin u.a.; Walter de Gruyter; 1976; 81.-90. Aufl.;
- Falbe J., Regitz M.; CD Römpp Chemie Lexikon; Stuttgart u.a.; Thieme; 1995⁹; Vers. 1.0