

4.Präparat / Versuch 8.5

Aufarbeitung von Silbersilikatabfällen (Ag_2SiO_3)

1. Aufarbeitungsvorschrift: (Quelle 1)

a) Aufschluss der Silikatverbindung:

Die Silbersilikatabfälle werden gut gemörsert und mit der 6-fachen Menge eines Soda/Pottasche-Gemisches gut gemischt. Das Gemisch wird in mehrere Korunthiegel gefüllt und bei ca. 1000°C im Muffelofen über Nacht geglüht. Anschließend wird das Gemisch in H_2O gelöst.

b) Gewinnung von Silberchlorid:

Die Lösung wird nun mit verd. HCl versetzt, bis kein AgCl mehr ausfällt. Der Niederschlag wird gut trocken gesaugt. Die Mutterlauge wird auf weitere AgCl -Fällung geprüft. Bei weiterer Fällung wird der Niederschlag auch trocken gesaugt. Bei Ausbleiben des Niederschlages kann die Mutterlauge verworfen werden.

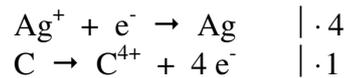
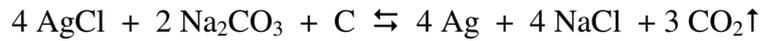
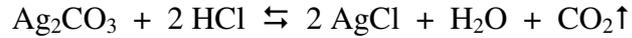
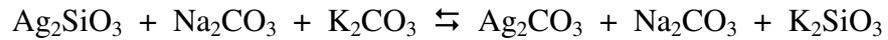
c) Reinigung des Silberchlorids:

Das Silberchlorid wird mit konz. NH_3 versetzt und erwärmt, bis sich das meiste gelöst hat. Man filtriert ab und säuert das Filtrat mit verd. HNO_3 an. Anschließend fällt man das Silberchlorid erneut mit verd. HCl .

d) Gewinnung von festem Reinsilber:

Das gut getrocknete AgCl wird in einer Reibschale mit Na_2CO_3 (wasserfrei) und Kohlepulver im Verhältnis 1 : 1 : 0,1 versetzt. Das Gemisch wird nun in einem Schmelztiegel im Muffelofen 2h auf 1050°C erhitzt. Man lässt den Ofen erkalten und entnimmt erst dann den Tiegel. Es wird mit verd. HCl ausgelaugt und der sich gebildete Ag -Regulus mit halbkonz. HNO_3 gereinigt.

2. Reaktionsgleichungen:



3. Verwendete Geräte:

- Korunthiegel
- Muffelofen
- Becherglas
- Glasfritte, Saugapparatur

4. Benötigte Chemikalien:

- | | | |
|------------------------------|--------------------------|---|
| - Natriumcarbonat (Soda) | Na_2CO_3 | $M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 105,99 \text{ g / mol}$ |
| - Kaliumcarbonat (Pottasche) | K_2CO_3 | $M_{\text{K}_2\text{CO}_3} = 138,20 \text{ g / mol}$ |
| - Salzsäure | HCl | $M_{\text{HCl}} = 36,46 \text{ g / mol}$ |
| - Salpetersäure | HNO_3 | $M_{\text{HNO}_3} = 63,01 \text{ g / mol}$ |
| - Ammoniak | NH_3 | $M_{\text{NH}_3} = 17,03 \text{ g / mol}$ |

5. Gefahrenhinweise:

| Bezeichnung | Symbol | R-Sätze | S-Sätze |
|--------------------------|----------------|----------|---------------------|
| Na_2CO_3 | X _i | 36 | 22-26 |
| K_2CO_3 | X _i | 36/37/38 | 22-26 |
| NH_3 | C,N | 34-50 | 26-36/37/39-45-61 |
| HCl | C | 34-37 | 26-36/37/39-45 |
| HNO_3 | C | 35 | 23.2-26-36/37/39-45 |

6. Eigenschaften:

- Kommt in der Natur gediegen vor
- In gebundenem Zustand kommt es als Silbererz und silberhaltigen Erz vor.
- Weißglänzendes, in regulären Oktaedern kristallisierendes Metall
- Kubisch dichteste Kugelpackung
- Dichte: $10,491 \text{ g/cm}^3$
- Schmelzpunkt: $960,8^\circ\text{C}$
- Siedepunkt: 2212°C
- Siedet unter Bildung eines mehratomigen, blauen Dampfes.
- Leitet Wärme und Elektrizität von allen Metallen am Besten.
- Sehr weich.
- $M_{\text{Ag}} = 107,87 \text{ g/mol}$

7. Verwendung:

- Wird nicht in reinem Zustand verarbeitet, da es zu weich ist.
- Wird mit Kupfer legiert und wird dadurch härter, ohne seinen Glanz zu verlieren.
- Silbermünzen
- Silberbesteck (muss in Deutschland einen Silbergehalt von mind. 80% haben)

8. Entsorgung:

- Die Mutterlauge kann, wenn sie kein Silber mehr enthält verworfen werden.
- In der Mutterlauge enthaltenes Silber wird durch HCl als Silberchlorid gefällt.
- Das reine Silber wird dem Assistenten gegeben.

9. Literaturangabe:

1. Hanns Fischer; Praktikum in allgemeiner Chemie; Teil I,II; VCH Verlag; S. 208 ff.
2. Hollemann Wiberg; Lehrbuch der anorganischen Chemie; S1010 ff.

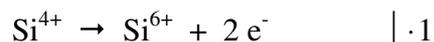
10. Durchführung:

- Es wurden 68,7g Ag_2SiO_3 fein gemörsert und portionsweise mit jeweils der 3-fachen Menge an Na_2CO_3 (Soda) und K_2CO_3 (Pottasche) vermischt und in Tiegel gegeben.
- Die Tiegel wurden bei ca. 1000°C über Nacht im Muffelofen geglüht.
- Die sich gebildete erkaltete Schmelze wurde herausgekratzt und gelöst.
- Es befand sich in jedem Tiegel ein Silber-Regulus.
- Nach Berechnung der maximalen Ausbeute wurde bereits das ganze Silber zu reinem Silber reduziert.

11. Beobachtungen:

- Das reine Silber wurde schon beim Aufschließen der Silikatverbindung gebildet, was auf die Anwesenheit eines Oxidationsmittels schließen lässt.
- Das Oxidationsmittel kann als Verunreinigung in der Silikatverbindung mit vorhanden sein.
- Es ist auch möglich, dass Si^{4+} zu Si^{6+} oxidiert wird.
- Die teilweise aufgeplatzten Oberflächen des Silbers können darauf zurückgeführt werden, dass geschmolzenes Silber Sauerstoff löst, welches beim Erstarren austritt.

12. Ausbeuteberechnung:



$$M_{\text{Ag}_2\text{SiO}_3} = 292,7 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{Ag}} = 107,87 \text{ g / mol}$$

$$m_{\text{Ag}_2\text{SiO}_3} = 68,7 \text{ g}$$

$$m_{\text{Ag}} = \frac{m_{\text{Ag}_2\text{SiO}_3} \cdot M_{\text{Ag}}}{M_{\text{Ag}_2\text{SiO}_3}} = \frac{68,7 \text{ g} \cdot 2 \cdot 107,87 \text{ g / mol}}{292,7 \text{ g / mol}} = \underline{\underline{50,64 \text{ g}}}$$

Ausbeute: 44,6g

$$50,64 \text{ g} \equiv 100\%$$

$$44,6 \text{ g} \equiv X$$

$$X = \underline{\underline{88,07\%}}$$

Man kann davon ausgehen, dass die Ausbeute vollständig ist da die Verbindung auch Verunreinigungen enthält.