Tobias A. Engesser, Philipp Kurz, Norbert Stock

Synthetische Anorganische Chemie

Grundkurs

2., überarbeitete und aktualisierte Auflage

DE GRUYTER

Inhalt

Vorwort zur zweiten Auflage — V

Vorwort zur ersten Auflage — VII

1	Einführung — 1
1.1	Lernziele — 1
1.2	Vorschläge zur Organisation des Praktikums — 3
2	Apparative Grundlagen der synthetischen anorganischen Chemie — 5
2.1	Schliff- und Schraubverbindungen — 5
2.1.1	<i>Kegelschliffe (Normschliff)</i> — 5
2.1.2	Planschliffverbindungen (Flanschverbindungen) — 6
2.1.3	Umgang mit Schliffverbindungen — 6
2.1.4	Rohr - und Schlauchverbindungen — 7
2.2	Bauteile für Schliffapparaturen — 8
2.2.1	Reaktionsgefäße — 8
2.2.2	Kühler — 8
2.2.3	Tropftrichter — 10
2.2.4	Aufsätze und Übergangsstücke — 11
2.2.5	Rühren — 11
2.2.6	Heizen und Kühlen — 12
2.2.7	Temperaturmessung — 12
2.2.8	Trocknung — 13
2.3	Standard-Reaktionsapparaturen — 13
2.3.1	Erhitzen unter Rückfluss — 13
2.4	Einfache Destillation/Rotationsverdampfer — 15
2.4.1	Aufbau und Inbetriebnahme einfacher Destillationsapparaturen — 15
2.4.2	<i>Rotationsverdampfer</i> — 17
2.5	Brenner und Öfen — 18
2.6	Arbeiten mit Gasen — 20
3	Sicherheit im Laboratorium, Entsorgung von Abfällen, Verhalten im Notfall — 23
4	Präparateteil — 25
A	Elementdarstellungen — 25
	Hintergrund — 25
	Präparate A1–A5: allgemeine Versuchsvorschrift für aluminothermische Reaktionen — 27

- Präparat A1 – Mangan, Mn (*mittel*) — 28
- Präparat A2 – Silicium, Si (*mittel*) — 29
- Präparat A3 – Bor, B (*mittel*) — 29
- Präparat A4 – Eisen, Fe (*mittel*) — 30
- Präparat A5 – Kupfer, Cu (*mittel*) — 30
- Präparat A6 – Chlor, Cl₂, und Chlorhydrat, Cl₂ · 7.3H₂O (*schwer*) — 31
- Präparat A7 – Bismut, Bi (*leicht*) — 33
- Präparat A8 – Antimon, Sb (*mittel*) — 33
- Präparat A9 – Selen, Se (*schwer*) — 34

B Legierungen — 35

- Hintergrund — 35
- Präparat B1 – Cu₂Sb (*leicht*) — 38
- Präparat B2 – β-SbSn (*leicht*) — 38
- Präparat B3 – Cu₃Sn (ε-Bronze) (*leicht*) — 39
- Präparat B4 – Cu₂Zn (α-Messing) (*leicht*) — 40
- Präparat B5 – Cu₅Zn₈ (γ-Messing) (*leicht*) — 40
- Präparat B6 – Magnesiumsilicid, Mg₂Si (*mittel*) — 41

C Synthesen von Festkörpern — 41

- Hintergrund — 41
- Präparat C1 – Borphosphat, BPO₄ (*leicht*) — 44
- Präparat C2 – Cobaltferrit, CoFe₂O₄ (*leicht*) — 44
- Präparat C3 – Cobaltaluminat (THÉNARDS Blau), CoAl₂O₄ (*mittel*) — 45
- Präparat C4 – RINMANS Grün, CoO/ZnO (*mittel*) — 46
- Präparat C5 – Spinell, MgAl₂O₄ (*mittel*) — 47
- Präparat C6 – Nickelaluminat, NiAl₂O₄ (*mittel*) — 47
- Präparat C7 – Ammonium-*trans*-diammintetra(thiocyanato-*S*)chromat(III)-Monohydrat (REINECKE-Salz), NH₄[Cr(SCN)₄(NH₃)₂] · H₂O (*mittel*) — 48
- Präparat C8 – α-Bornitrid, BN (*mittel*) — 48
- Präparat C9 – Ägyptisch Blau, CaCu[Si₄O₁₀] (*schwer*) — 49
- Präparat C10 – Dotierter Bariumchlorapatit, Ba₅(PO₄)₃Cl:M (M = Cr, Mn) (*mittel*) — 50

D Züchtung von Kristallen — 51

- Hintergrund — 51
- Präparat D1 – Aluminiumalaun (Kaliumaluminium(III)-sulfat-Dodekahydrat), KAl(SO₄)₂ · 12 H₂O (*leicht*) — 53
- Präparat D2 – Chromalaun (Kaliumchrom(III)-sulfat-Dodekahydrat), KCr(SO₄)₂ · 12 H₂O (*mittel*) — 54
- Präparat D3 – Eisenalaun (Ammoniumeisen(III)-sulfat-Dodekahydrat), NH₄Fe(SO₄)₂ · 12 H₂O (*mittel*) — 55

- Präparat D4 – Tetramminkupfer(II)-sulfat-Monohydrat,
 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (*leicht*) — 56
- Präparat D5 – Kaliumperchlorat, KClO_4 (*mittel*) — 56
- Präparat D6 – Kupfer(II)-tartrat-Trihydrat, $\text{Cu}(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6) \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (*mittel*) — 57
- Präparat D7 – Blei(II)-iodid, PbI_2 (*mittel*) — 58
- Präparat D8 – Calciumtartrat-Tetrahydrat, $\text{Ca}(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6) \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ (*leicht*) — 58

E Koordinationsverbindungen — 59

- Hintergrund — 59
- Präparat E1 – Kaliumtetra(cyanato-*N*)cobaltat(II), $\text{K}_2[\text{Co}(\text{NCO})_4]$ (*leicht*) — 61
- Präparat E2 – Tetraammin(carbonato- $\kappa^2\text{O},\text{O}'$)cobalt(III)-nitrat-Hemihydrat,
 $[\text{Co}(\kappa^2\text{-CO}_3)(\text{NH}_3)_4]\text{NO}_3 \cdot 0.5 \text{H}_2\text{O}$ (*mittel*) — 61
- Präparat E3 – Ammoniumhexachloridoplumbat(IV),
 $(\text{NH}_4)_2[\text{PbCl}_6]$ (*mittel*) — 62
- Präparat E4 – Kaliumhexa(thiocyanato-*N*)chromat(III)-Tetrahydrat,
 $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{SCN})_6] \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ (*mittel*) — 63
- Präparat E5 – Kaliumtrisoxalatomanganat(III)-Trihydrat,
 $\text{K}_3[\text{Mn}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (*schwer*) — 63
- Präparat E6 – Natriumpentacyanonitroferrat(II)-Dihydrat
 (Natrium-Nitroprussid), $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5(\text{NO})] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (*schwer*) — 64
- Präparat E7 – trans-Di(cyanato-*N*)tetrapyridinnickel(II),
 $[\text{Ni}(\text{NCO})_2(\text{py})_4]$ (*mittel*) — 65
- Präparat E8 – Kalium- η^2 -peroxidodisulfatotitanat(IV)-Trihydrat,
 $\text{K}_2[\text{Ti}(\eta^2\text{-O}_2)(\text{SO}_4)_2] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (*schwer*) — 66
- Präparat E9 – Bisacetylacetonatooxidovanadium(IV) (Vanadylacetylacetonat),
 $[\text{VO}(\text{acac})_2]$, (*schwer*) — 66

F Reaktionen mit Gasen — 67

- Hintergrund — 67
- Präparat F1 – Natriumhexa(nitrito-*N*)cobaltat(III),
 $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ (*mittel*) — 69
- Präparat F2 – Ammoniumkupfer(I)-tetrasulfid, $(\text{NH}_4)\text{CuS}_4$ (*schwer*) — 69
- Präparat F3 – Mangansulfid, MnS (*schwer*) — 70
- Präparat F4 – Kupfer(I)tetraiodidomercurat(II), $\text{Cu}_2[\text{HgI}_4]$ (*mittel*) — 71
- Präparat F5 – trans-Tetraammindi(nitrito-*N*)cobalt(III)-chlorid,
 $[\text{Co}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}$ (*schwer*) — 72
- Präparat F6 – Eisen(III)-hydroxidoxid (Goethit), $\alpha\text{-FeO}(\text{OH})$ (*mittel*) — 73
- Präparat F7 – Lithiumnitrid, Li_3N (*mittel*) — 73
- Präparat F8 – Ammoniumtetrathiomolybdat(VI), $(\text{NH}_4)_2[\text{MoS}_4]$ — 74

G Molekulare Verbindungen der p-Block-Elemente — 75

- Hintergrund — 75
- Präparat G1 – Antimon(III)-iodid, SbI_3 (*leicht*) — 77

- Präparat G2 – Kaliumtetrathionat, $K_2S_4O_6$ (*mittel*) — **78**
Präparat G3 – Thiocyan säure, HSCN und Cobalt(II)-thiocyanat, $Co(SCN)_2$ (*mittel*) — **78**
Präparat G4 – Kaliumperoxodisulfat, $K_2S_2O_8$ (*schwer*) — **79**
Präparat G5 – Borsäuretrimethylester, $B(OCH_3)_3$ (*schwer*) — **80**
Präparat G6 – Tetramethylammoniumioddibromid, $(NMe_4)(IBr_2)$ (*mittel*) — **81**
Präparat G7 – Octaselen- und Tetratellurdikationen Se_8^{2+} / Te_4^{2+} (*leicht*) — **81**

H Polyoxoanionen — 82

- Hintergrund — **82**
Präparat H1 – Ammonium-6-molybdonicolat(II)-Pentahydrat, $(NH_4)_4[NiMo_6O_{24}H_6] \cdot 5 H_2O$ (*leicht*) — **84**
Präparat H2 – Ammonium-10-vanadodimanganat(II)-Dodekahydrat, $(NH_4)_2[Mn_2V_{10}O_{28}] \cdot 12 H_2O$ (*leicht*) — **85**
Präparat H3 – Ammonium-10-molybdodicobaltat(III)-Dekahydrat, $(NH_4)_6[Co_2Mo_{10}O_{36}] \cdot 10 H_2O$ (*mittel*) — **85**
Präparat H4 – KURROLSches Natriumpolyphosphat, $(NaPO_3)_x$ (*mittel*) — **86**
Präparat H5 – 12-Wolframophosphorsäure-Hydrat, $H_3[PW_{12}O_{40}] \cdot x H_2O$ (*schwer*) — **86**

I Verbindungen mit Nanostrukturen — 87

- Hintergrund — **87**
Präparat I1 – Schwefelöl (*mittel*) — **89**
Präparat I2 – Sol von $Fe(OH)_3$ (*leicht*) — **90**
Präparat I3 – Sol von Sb_2S_3 (*mittel*) — **91**
Präparat I4 – Zeolith A (*mittel*) — **91**
Präparat I5 – NaBr-Sodalith (*mittel*) — **92**
Präparat I6 – Ultramarin, $Na_8[(AlO_2)_6(SiO_2)_6](X)_2$ ($X = S_2^{2-}, S_3^{2-}$) (*mittel*) — **93**
Präparat I7 – Titandioxid (TiO_2) – Nanopartikel (*mittel*) — **94**

J Großtechnische Verfahren im Labormaßstab — 94

- Hintergrund — **94**
Versuch J1 – Das SOLVAY-Verfahren (*schwer*) — **96**
Versuch J2 – Der Hochofenprozess (*schwer*) — **98**
Versuch J3 – Das Kontaktverfahren (*schwer*) — **99**
Versuch J4 – Das OSTWALD-Verfahren (*schwer*) — **100**
Versuch J5 – Der DEACON-Prozess (*schwer*) — **101**
Versuch J6 – Das BAYER-Verfahren (*mittel*) — **102**
Versuch J7 – Die Kupferraffination (*mittel*) — **103**