

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 Kegelschliffe (Normschliff) — 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 Rotationsverdampfer — 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 (<i>mittel</i>)	— 28
Präparat A2 – Silicium, Si (<i>mittel</i>)	— 29
Präparat A3 – Bor, B (<i>mittel</i>)	— 29
Präparat A4 – Eisen, Fe (<i>mittel</i>)	— 30
Präparat A5 – Kupfer, Cu (<i>mittel</i>)	— 30
Präparat A6 – Chlor, Cl ₂ , und Chlorhydrat, Cl ₂ · 7.3H ₂ O (<i>schwer</i>)	— 31
Präparat A7 – Bismut, Bi (<i>leicht</i>)	— 33
Präparat A8 – Antimon, Sb (<i>mittel</i>)	— 33
Präparat A9 – Selen, Se (<i>schwer</i>)	— 34

B Legierungen — 35

Hintergrund	— 35
Präparat B1 – Cu ₂ Sb (<i>leicht</i>)	— 38
Präparat B2 – β-SbSn (<i>leicht</i>)	— 38
Präparat B3 – Cu ₃ Sn (ε-Bronze) (<i>leicht</i>)	— 39
Präparat B4 – Cu ₂ Zn (α-Messing) (<i>leicht</i>)	— 40
Präparat B5 – Cu ₅ Zn ₈ (γ-Messing) (<i>leicht</i>)	— 40
Präparat B6 – Magnesiumsilicid, Mg ₂ Si (<i>mittel</i>)	— 41

C Synthesen von Festkörpern — 41

Hintergrund	— 41
Präparat C1 – Borphosphat, BPO ₄ (<i>leicht</i>)	— 44
Präparat C2 – Cobaltferrit, CoFe ₂ O ₄ (<i>leicht</i>)	— 44
Präparat C3 – Cobaltaluminat (THÉNARDS Blau), CoAl ₂ O ₄ (<i>mittel</i>)	— 45
Präparat C4 – RINMANS Grün, CoO/ZnO (<i>mittel</i>)	— 46
Präparat C5 – Spinell, MgAl ₂ O ₄ (<i>mittel</i>)	— 47
Präparat C6 – Nickelaluminat, NiAl ₂ O ₄ (<i>mittel</i>)	— 47
Präparat C7 – Ammonium- <i>trans</i> -diammintetra(thiocyanato-S)chromat(III)-Monohydrat (REINECKE-Salz), NH ₄ [Cr(SCN) ₄ (NH ₃) ₂] · H ₂ O (<i>mittel</i>)	— 48
Präparat C8 – α-Bornitrid, BN (<i>mittel</i>)	— 48
Präparat C9 – Ägyptisch Blau, CaCu[Si ₄ O ₁₀] (<i>schwer</i>)	— 49
Präparat C10 – Dotierter Bariumchlorapatit, Ba ₅ (PO ₄) ₃ Cl:M (M = Cr, Mn) (<i>mittel</i>)	— 50

D Züchtung von Kristallen — 51

Hintergrund	— 51
Präparat D1 – Aluminiumalaun (Kaliumaluminium(III)-sulfat-Dodekahydrat), KAl(SO ₄) ₂ · 12 H ₂ O (<i>leicht</i>)	— 53
Präparat D2 – Chromalaun (Kaliumchrom(III)-sulfat-Dodekahydrat), KCr(SO ₄) ₂ · 12 H ₂ O (<i>mittel</i>)	— 54
Präparat D3 – Eisenalaun (Ammoniumeisen(III)-sulfat-Dodekahydrat), NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ · 12 H ₂ O (<i>mittel</i>)	— 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 – Natriumpentacyanidonitroferat(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 – Thiocyanensäure, 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-molybdoniccolat(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 – Schwefelsol (*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**

Stichwortverzeichnis — 105