

# 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 Reaktionsgefäß — 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 <sub>2</sub> , und Chlorhydrat, Cl <sub>2</sub> · 7.3H <sub>2</sub> 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>B Legierungen — 35</b>	
Hintergrund	— 35
Präparat B1 – Cu <sub>2</sub> Sb ( <i>leicht</i> )	— 38
Präparat B2 – $\beta$ -SbSn ( <i>leicht</i> )	— 38
Präparat B3 – Cu <sub>3</sub> Sn ( $\varepsilon$ -Bronze) ( <i>leicht</i> )	— 39
Präparat B4 – Cu <sub>2</sub> Zn ( $\alpha$ -Messing) ( <i>leicht</i> )	— 40
Präparat B5 – Cu <sub>5</sub> Zn <sub>8</sub> ( $\gamma$ -Messing) ( <i>leicht</i> )	— 40
Präparat B6 – Magnesiumsilicid, Mg <sub>2</sub> Si ( <i>mittel</i> )	— 41
<b>C Synthesen von Festkörpern — 41</b>	
Hintergrund	— 41
Präparat C1 – Borphosphat, BPO <sub>4</sub> ( <i>leicht</i> )	— 44
Präparat C2 – Cobalferrit, CoFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ( <i>leicht</i> )	— 44
Präparat C3 – Cobaltaluminat (THÉNARDS Blau), CoAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ( <i>mittel</i> )	— 45
Präparat C4 – RINMANS Grün, CoO/ZnO ( <i>mittel</i> )	— 46
Präparat C5 – Spinell, MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ( <i>mittel</i> )	— 47
Präparat C6 – Nickelaluminat, NiAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ( <i>mittel</i> )	— 47
Präparat C7 – Ammonium- <i>trans</i> -diammintetra(thiocyanato-S)chromat(III)-Monohydrat ( <i>REINECKE-Salz</i> ), NH <sub>4</sub> [Cr(SCN) <sub>4</sub> (NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] · H <sub>2</sub> O ( <i>mittel</i> )	— 48
Präparat C8 – $\alpha$ -Bornitrid, BN ( <i>mittel</i> )	— 48
Präparat C9 – Ägyptisch Blau, CaCu[Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub> ] ( <i>schwer</i> )	— 49
Präparat C10 – Dotierter Bariumchlorapatit, Ba <sub>5</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> Cl:M (M = Cr, Mn) ( <i>mittel</i> )	— 50
<b>D Züchtung von Kristallen — 51</b>	
Hintergrund	— 51
Präparat D1 – Aluminiumalaun (Kaliumaluminium(III)-sulfat-Dodekahydrat), KAl(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · 12 H <sub>2</sub> O ( <i>leicht</i> )	— 53
Präparat D2 – Chromalaun (Kaliumchrom(III)-sulfat-Dodekahydrat), KCr(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · 12 H <sub>2</sub> O ( <i>mittel</i> )	— 54
Präparat D3 – Eisenalaun (Ammoniumeisen(III)-sulfat-Dodekahydrat), NH <sub>4</sub> Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> · 12 H <sub>2</sub> 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,  $\text{KClO}_4$  (*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,  $\text{PbI}_2$  (*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 – Natriumpentacyanidonitroferrat(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- $\eta^2$ -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,  $\text{MnS}$  (*schwer*) — **70**
- Präparat F4 – Kupfer(I)tetraiodidomerkurat(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),  $\alpha\text{-FeO(OH)}$  (*mittel*) — **73**
- Präparat F7 – Lithiumnitrid,  $\text{Li}_3\text{N}$  (*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,  $\text{SbI}_3$  (*leicht*) — **77**

Präparat G2 – Kaliumtetrathionat, $K_2S_4O_6$ ( <i>mittel</i> )	— 78
Präparat G3 – Thiocyanäure, HSCN und Cobalt(II)-thiocyanat, $Co(SCN)_2$ ( <i>mittel</i> )	— 78
Präparat G4 – Kaliumperoxodisulfat, $K_2S_2O_8$ ( <i>schwer</i> )	— 79
Präparat G5 – Borsäuretrimethylester, $B(OCH_3)_3$ ( <i>schwer</i> )	— 80
Präparat G6 – Tetramethylammoniumiodidbromid, $(NMe_4)_2(IBr)_2$ ( <i>mittel</i> )	— 81
Präparat G7 – Octaselen- und Tetratellurdikationen $Se_8^{2+}$ / $Te_4^{2+}$ ( <i>leicht</i> )	— 81
<b>H Polyoxoanionen — 82</b>	
Hintergrund	— 82
Präparat H1 – Ammonium-6-molybdonat(II)-Pentahydrat, $(NH_4)_4[NiMo_6O_{24}H_6] \cdot 5 H_2O$ ( <i>leicht</i> )	— 84
Präparat H2 – Ammonium-10-vanadodimanganat(II)-Dodekahydrat, $(NH_4)_2[Mn_2V_{10}O_{28}] \cdot 12 H_2O$ ( <i>leicht</i> )	— 85
Präparat H3 – Ammonium-10-molybdodicobaltat(III)-Dekahydrat, $(NH_4)_6[Co_2Mo_{10}O_{36}] \cdot 10 H_2O$ ( <i>mittel</i> )	— 85
Präparat H4 – KURROLSches Natriumpolyphosphat, $(NaPO_3)_x$ ( <i>mittel</i> )	— 86
Präparat H5 – 12-Wolframophosphorsäure-Hydrat, $H_3[PW_{12}O_{40}] \cdot x H_2O$ ( <i>schwer</i> )	— 86
<b>I Verbindungen mit Nanostrukturen — 87</b>	
Hintergrund	— 87
Präparat I1 – Schwefelsol ( <i>mittel</i> )	— 89
Präparat I2 – Sol von $Fe(OH)_3$ ( <i>leicht</i> )	— 90
Präparat I3 – Sol von $Sb_2S_3$ ( <i>mittel</i> )	— 91
Präparat I4 – Zeolith A ( <i>mittel</i> )	— 91
Präparat I5 – NaBr-Sodalith ( <i>mittel</i> )	— 92
Präparat I6 – Ultramarin, $Na_8[(AlO_2)_6(SiO_2)_6](X)_2$ ( $X = S_2^-$ , $S_3^-$ ) ( <i>mittel</i> )	— 93
Präparat I7 – Titandioxid ( $TiO_2$ ) – Nanopartikel ( <i>mittel</i> )	— 94
<b>J Großtechnische Verfahren im Labormaßstab — 94</b>	
Hintergrund	— 94
Versuch J1 – Das SOLVAY-Verfahren ( <i>schwer</i> )	— 96
Versuch J2 – Der Hochofenprozess ( <i>schwer</i> )	— 98
Versuch J3 – Das Kontaktverfahren ( <i>schwer</i> )	— 99
Versuch J4 – Das OSTWALD-Verfahren ( <i>schwer</i> )	— 100
Versuch J5 – Der DEACON-Prozess ( <i>schwer</i> )	— 101
Versuch J6 – Das BAYER-Verfahren ( <i>mittel</i> )	— 102
Versuch J7 – Die Kupferraaffination ( <i>mittel</i> )	— 103
<b>Stichwortverzeichnis — 105</b>	