

Inhaltsverzeichnis

1 Einführung

1.1	Lernziele	1
1.2	Vorschläge zur Organisation des Praktikums	3

2 Apparative Grundlagen der synthetischen anorganischen Chemie

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	9
2.2.3	Tropftrichter	10
2.2.4	Aufsätze und Übergangsstücke	10
2.2.5	Rühren	11
2.2.6	Heizen und Kühlen	11
2.2.7	Temperaturmessung	11
2.3	Standard-Reaktionsapparaturen	12
2.3.1	Erhitzen unter Rückfluss	12
2.4	Einfache Destillation/Rotationsverdampfer	14
2.4.1	Aufbau und Inbetriebnahme einfacher Destillationsapparaturen	14
2.4.2	Rotationsverdampfer	16
2.5	Brenner und Öfen	17
2.6	Arbeiten mit Gasen	18

3	Sicherheit im Laboratorium, Entsorgung von Abfällen, Verhalten im Notfall	23
---	--	----

4 Präparateteil

A Elementdarstellungen

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>)	28
Präparat A3 – Bor, B (<i>mittel</i>)	29
Präparat A4 – Eisen, Fe (<i>mittel</i>)	29
Präparat A5 – Kupfer, Cu (<i>mittel</i>)	30
Präparat A6 – Chlor, Cl ₂ , und Chlorhydrat, Cl ₂ · 7,3 H ₂ O (<i>schwer</i>)	31
Präparat A7 – Bismut, Bi (<i>leicht</i>)	32
Präparat A8 – Antimon, Sb (<i>mittel</i>)	33
B Legierungen	
Hintergrund	34
Präparat B1 – Cu ₂ Sb (<i>leicht</i>)	36
Präparat B2 – β-SbSn (<i>leicht</i>)	36
Präparat B3 – Cu ₃ Sn (ε-Bronze) (<i>leicht</i>)	37
Präparat B4 – Cu ₂ Zn (α-Messing) (<i>leicht</i>)	37
Präparat B5 – Cu ₅ Zn ₈ (γ-Messing) (<i>leicht</i>)	38
Präparat B6 – Magnesiumsilicid, Mg ₂ Si (<i>mittel</i>)	38
C Synthesen von Festkörpern	
Hintergrund	40
Präparat C1 – Borphosphat, BPO ₄ (<i>leicht</i>)	42
Präparat C2 – Cobaltferrit, CoFe ₂ O ₄ (<i>leicht</i>)	42
Präparat C3 – Cobaltaluminat (<i>Thénard's Blau</i>), CoAl ₂ O ₄ (<i>mittel</i>)	43
Präparat C4 – <i>Rinman's Grün</i> , CoO/ZnO (<i>mittel</i>)	44
Präparat C5 – Spinell, MgAl ₂ O ₄ (<i>mittel</i>)	44
Präparat C6 – Nickelaluminat, NiAl ₂ O ₄ (<i>mittel</i>)	45
Präparat C7 – Ammonium- <i>trans</i> -diammintetra(thiocyanato- <i>S</i>)-chromat(III)- Monohydrat (<i>Reinecke-Salz</i>), NH ₄ [Cr(SCN) ₄ (NH ₃) ₂] · H ₂ O (<i>mittel</i>)	45
Präparat C8 – Bornitrid, BN (<i>mittel</i>)	46
Präparat C9 – <i>Ägyptisch Blau</i> , CaCu[Si ₄ O ₁₀] (<i>schwer</i>)	46
D Züchtung von Kristallen	
Hintergrund	48
Präparat D1 – Kaliumaluminiumsulfat-Dodekahydrat (Aluminiumalaun), KAl(SO ₄) ₂ · 12 H ₂ O (<i>leicht</i>)	50
Präparat D2 – Kaliumchrom(III)sulfat-Dodekahydrat (Chromalaun) KCr(SO ₄) ₂ · 12 H ₂ O (<i>mittel</i>)	51
Präparat D3 – Ammoniumeisen(III)sulfat-Dodekahydrat (Eisenalaun) NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ · 12 H ₂ O (<i>mittel</i>)	51
Präparat D4 – Tetraamminkupfer(II)sulfat-Monohydrat, [Cu(NH ₃) ₄]SO ₄ · H ₂ O (<i>leicht</i>)	52
Präparat D5 – Kaliumperchlorat, KClO ₄ (<i>mittel</i>)	52
Präparat D6 – Kupfer(II)tartrat-Trihydrat, Cu(C ₄ H ₄ O ₆) · 3 H ₂ O (<i>mittel</i>)	53
Präparat D7 – Blei(II)iodid, PbI ₂ (<i>mittel</i>)	54
E Koordinationsverbindungen	
Hintergrund	55
Präparat E1 – Kaliumtetra(cyanato- <i>N</i>)cobaltat(II), K ₂ [Co(NCO) ₄] (<i>leicht</i>)	57
Präparat E2 – Tetraammin-(η ² -carbonato)cobalt(III)nitrat-Hemihydrat, [Co(η ² -CO ₃)(NH ₃) ₄]NO ₃ · $\frac{1}{2}$ H ₂ O (<i>mittel</i>)	57

Präparat E3 – Ammoniumhexachloridoplumbat(IV), $(\text{NH}_4)_2[\text{PbCl}_6]$ (<i>mittel</i>)	58
Präparat E4 – Kaliumhexa(thiocyanato- <i>S</i>)chromat(III)-Tetrahydrat, $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{SCN})_6] \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ (<i>mittel</i>)	59
Präparat E5 – Kaliumtrioxalatomanganat(III)-Trihydrat, $\text{K}_3[\text{Mn}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (<i>schwer</i>)	59
Präparat E6 – Natriumpentacyanidonitroferat(II)-Dihydrat (Nitroprussid-natrium), $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5(\text{NO})] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (<i>schwer</i>)	60
Präparat E7 – <i>trans</i> -Di(cyanato- <i>N</i>)tetrapyridinnickel(II), $[\text{Ni}(\text{NCO})_2(\text{py})_4]$ (<i>mittel</i>) .	61
Präparat E8 – Kalium-(η^2 -peroxido)disulfatotitanat(IV)-Trihydrat, $\text{K}_3[\text{Ti}(\eta^2\text{-O}_2)(\text{SO}_4)_2] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (<i>schwer</i>)	61
Präparat E9 – Bisacetylacetonatooxidovanadium(IV) (Vanadylacetyl-acetonat), $[\text{VO}(\text{acac})_2]$, (<i>schwer</i>)	62

F Reaktionen mit Gasen

Hintergrund	63
Präparat F1 – Natriumhexa(nitrito- <i>N</i>)cobaltat(III), $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ (<i>mittel</i>)	64
Präparat F2 – Ammoniumkupfer(I)tetrasulfid, $(\text{NH}_4)\text{CuS}_4$ (<i>schwer</i>)	65
Präparat F3 – α -Mangansulfid, MnS (<i>schwer</i>)	66
Präparat F4 – Kupfer(I)tetraiodidomercurat(II), $\text{Cu}_2[\text{HgI}_4]$ (<i>mittel</i>)	66
Präparat F5 – <i>trans</i> -Tetraammin-di(nitrito- <i>N</i>)cobalt(III)-chlorid, $[\text{Co}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}$ (<i>schwer</i>)	67
Präparat F6 – Eisen(III)oxidhydroxid (Goethit), $\alpha\text{-FeO}(\text{OH})$ (<i>mittel</i>)	68
Präparat F7 – Lithiumnitrid, Li_3N (<i>mittel</i>)	68

G Molekulare Verbindungen der p-Block-Elemente

Hintergrund	70
Präparat G1 – Antimon(III)iodid, SbI_3 (<i>leicht</i>)	71
Präparat G2 – Kaliumtetrathionat, $\text{K}_2\text{S}_4\text{O}_6$ (<i>mittel</i>)	72
Präparat G3 – Thiocyan säure, HSCN und Cobalt(II)thiocyanat, $\text{Co}(\text{SCN})_2$ (<i>mittel</i>)	73
Präparat G4 – Kaliumperoxodisulfat, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (<i>schwer</i>)	73
Präparat G5 – Borsäuretrimethylester, $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ (<i>schwer</i>)	74

H Polyoxoanionen

Hintergrund	76
Präparat H1 – Ammonium-6-molybdoniccolat(II)-Pentahydrat, $(\text{NH}_4)_4[\text{NiMo}_6\text{O}_{24}\text{H}_6] \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ (<i>leicht</i>)	78
Präparat H2 – Ammonium-10-vanadodimanganat(II)-Dodekahydrat, $(\text{NH}_4)_2[\text{Mn}_2\text{V}_{10}\text{O}_{28}] \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ (<i>leicht</i>)	78
Präparat H3 – Ammonium-10-molybdodicobaltat(III)-Dekahydrat, $(\text{NH}_4)_6[\text{Co}_2\text{Mo}_{10}\text{O}_{36}] \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (<i>mittel</i>)	79
Präparat H4 – <i>Kurrol'sches</i> Natriumpolyphosphat, $(\text{NaPO}_3)_x$ (<i>mittel</i>)	79
Präparat H5 – 12-Wolframophosphorsäure-Hydrat, $\text{H}_3[\text{PW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot x \text{H}_2\text{O}$ (<i>schwer</i>)	80

I Verbindungen mit Nanostrukturen

Hintergrund	81
Präparat I1 – Schwefelsol (<i>mittel</i>)	83
Präparat I2 – Sol von $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (<i>leicht</i>)	83
Präparat I3 – Sol von Sb_2S_3 (<i>mittel</i>)	84
Präparat I4 – Zeolith A (<i>mittel</i>)	85
Präparat I5 – NaBr-Sodalith (<i>mittel</i>)	86
Präparat I6 – Titandioxid (TiO_2) – Nanopartikel (<i>mittel</i>)	87

K Großtechnische Verfahren im Laboratoriumsmaßstab	
Hintergrund	88
Versuch K1 – Das <i>Solvay</i> -Verfahren (<i>schwer</i>)	90
Versuch K2 – Der Hochofenprozess (<i>schwer</i>)	91
Versuch K3 – Das Kontaktverfahren (<i>schwer</i>)	92
Versuch K4 – Das <i>Ostwald</i> -Verfahren (<i>schwer</i>)	93
Versuch K5 – Der <i>Deacon</i> -Prozess (<i>schwer</i>)	94
Versuch K6 – Das <i>Bayer</i> -Verfahren (<i>mittel</i>)	95
Versuch K7 – Die Kupferraffination (<i>mittel</i>)	96
Sachregister	99
Zusatzmaterial online unter //URL http://www.degruyter.com/9783110258745 .	
– Geräteliste	
– Betriebsanweisung	
– Chemikalienliste	
– Pulverdiffraktogramme	
– IR-Spektren	
– Farbfotos der Feststoffpräparate	