

# 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 (*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, Cl<sub>2</sub>, und Chlorhydrat, Cl<sub>2</sub> · 7.3H<sub>2</sub>O (*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 – Cu<sub>2</sub>Sb (*leicht*) — **38**  
Präparat B2 –  $\beta$ -SbSn (*leicht*) — **38**  
Präparat B3 – Cu<sub>3</sub>Sn ( $\varepsilon$ -Bronze) (*leicht*) — **39**  
Präparat B4 – Cu<sub>2</sub>Zn ( $\alpha$ -Messing) (*leicht*) — **40**  
Präparat B5 – Cu<sub>5</sub>Zn<sub>8</sub> ( $\gamma$ -Messing) (*leicht*) — **40**  
Präparat B6 – Magnesiumsilicid, Mg<sub>2</sub>Si (*mittel*) — **41**

**C Synthesen von Festkörpern — 41**

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

**D Züchtung von Kristallen — 51**

- Hintergrund — **51**  
Präparat D1 – Aluminiumalaun (Kaliumaluminium(III)-sulfat-Dodekahydrat),  
KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 12 H<sub>2</sub>O (*leicht*) — **53**  
Präparat D2 – Chromalaun (Kaliumchrom(III)-sulfat-Dodekahydrat),  
KCr(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 12 H<sub>2</sub>O (*mittel*) — **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 (*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,  $\text{KClO}_4$  (*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) (Vanadylacetyletonat),  
 $[\text{VO}(\text{acac})_2]$ , (*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)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),  $\alpha\text{-FeO(OH)}$  (*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 – Tetramethylammoniumioddibromid, $(NMe_4)(IBr_2)$ ( <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>	