

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

Präparat E3 – Ammoniumhexachloridoplumbat(IV), $(\text{NH}_4)_2[\text{PbCl}_6]$ (mittel) . . . . .	58
Präparat E4 – Kaliumhexa(thiocyanato- <i>S</i> )chromat(III)-Tetrahydrat, $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{SCN})_6] \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ (mittel) . . . . .	59
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) . . . . .	59
Präparat E6 – Natriumpentacyanidonitroferrat(II)-Dihydrat (Nitroprussid-natrium), $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5(\text{NO})] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (schwer) . . . . .	60
Präparat E7 – <i>trans</i> -Di(cyanato- <i>N</i> )tetrapyridinnickel(II), $[\text{Ni}(\text{NCO})_2(\text{py})_4]$ (mittel) . . . . .	61
Präparat E8 – Kalium-( $\eta^2$ -peroxido)disulfatotitanat(IV)-Trihydrat, $\text{K}_2[\text{Ti}(\eta^2\text{-O}_2)(\text{SO}_4)_2] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ (schwer) . . . . .	61
Präparat E9 – Bisacetylacetonatooxidovanadium(IV) (Vanadylacetyl-acetonat), $[\text{VO}(\text{acac})_2]$ , (schwer) . . . . .	62
<b>F Reaktionen mit Gasen</b>	
Hintergrund . . . . .	63
Präparat F1 – Natriumhexa(nitrito- <i>N</i> )cobaltat(III), $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ (mittel) . . . . .	64
Präparat F2 – Ammoniumkupfer(I)tetrasulfid, $(\text{NH}_4)\text{CuS}_4$ (schwer) . . . . .	65
Präparat F3 – $\alpha$ -Mangansulfid, $\text{MnS}$ (schwer) . . . . .	66
Präparat F4 – Kupfer(I)tetraiodidomercurat(II), $\text{Cu}_2[\text{HgI}_4]$ (mittel) . . . . .	66
Präparat F5 – <i>trans</i> -Tetraammindi(nitrito- <i>N</i> )cobalt(III)-chlorid, $[\text{Co}(\text{NO}_2)_2(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}$ (schwer) . . . . .	67
Präparat F6 – Eisen(III)oxidhydroxid (Goethit), $\alpha\text{-FeO(OH)}$ (mittel) . . . . .	68
Präparat F7 – Lithiumnitrid, $\text{Li}_3\text{N}$ (mittel) . . . . .	68
<b>G Molekulare Verbindungen der p-Block-Elemente</b>	
Hintergrund . . . . .	70
Präparat G1 – Antimon(III)iodid, $\text{SbI}_3$ (leicht) . . . . .	71
Präparat G2 – Kaliumtetrathionat, $\text{K}_2\text{S}_4\text{O}_6$ (mittel) . . . . .	72
Präparat G3 – Thiocyanösäure, $\text{HSCN}$ und Cobalt(II)thiocyanat, $\text{Co}(\text{SCN})_2$ (mittel) . . . . .	73
Präparat G4 – Kaliumperoxodisulfat, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (schwer) . . . . .	73
Präparat G5 – Borsäuretrimethylester, $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ (schwer) . . . . .	74
<b>H Polyoxoanionen</b>	
Hintergrund . . . . .	76
Präparat H1 – Ammonium-6-molybdoniccolat(II)-Pentahydrat, $(\text{NH}_4)_4[\text{NiMo}_6\text{O}_{24}\text{H}_6] \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ (leicht) . . . . .	78
Präparat H2 – Ammonium-10-vanadodimanganat(II)-Dodekahydrat, $(\text{NH}_4)_2[\text{Mn}_2\text{V}_{10}\text{O}_{28}] \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ (leicht) . . . . .	78
Präparat H3 – Ammonium-10-molybdodicobaltat(III)-Dekahydrat, $(\text{NH}_4)_6[\text{Co}_2\text{Mo}_{10}\text{O}_{36}] \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (mittel) . . . . .	79
Präparat H4 – <i>Kurrol</i> ’sches Natriumpolyphosphat, $(\text{NaPO}_3)_x$ (mittel) . . . . .	79
Präparat H5 – 12-Wolframophosphorsäure-Hydrat, $\text{H}_3[\text{PW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot x \text{H}_2\text{O}$ (schwer) . . . . .	80
<b>I Verbindungen mit Nanostrukturen</b>	
Hintergrund . . . . .	81
Präparat I1 – Schwefelsol (mittel) . . . . .	83
Präparat I2 – Sol von $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (leicht) . . . . .	83
Präparat I3 – Sol von $\text{Sb}_2\text{S}_3$ (mittel) . . . . .	84
Präparat I4 – Zeolith A (mittel) . . . . .	85
Präparat I5 – NaBr-Sodalith (mittel) . . . . .	86
Präparat I6 – Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) – Nanopartikel (mittel) . . . . .	87

<b>K Großtechnische Verfahren im Laboratoriumsmaßstab</b>	
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
<b>Sachregister . . . . .</b>	<b>99</b>

Zusatzmaterial online unter //URL <http://www.degruyter.com/9783110258745>.

- Geräteliste
- Betriebsanweisung
- Chemikalienliste
- Pulverdiffraktogramme
- IR-Spektren
- Farbfotos der Feststoffpräparate