

	Kurzbeschreibung	Punkte
Präparate\P001_11.doc	FeCp ₂	
Präparate\P002_8.doc	Cr(C ₅ H ₇ O ₂) ₃	
Präparate\P003_8.doc	SbI ₃	
Präparate\P004_8.doc	K ₃ [Co(CN) ₆]	
Präparate\P005_8.doc	K ₃ [Fe(C ₂ O ₄) ₃]*3H ₂ O	
Präparate\P006_8.doc	K[PbI ₃]	
Präparate\P007_8.doc	(NH ₄) ₂ MoS ₄	
Präparate\P008_9.doc	KFeS ₂	
Präparate\P009_9.doc	[Co(NH ₃) ₆]Cl ₃	
Präparate\P010_9.doc	CoCl ₂ (wasserfrei)	
Präparate\P011_8.doc	B(OCH ₃) ₃	
Präparate\P012_8.doc	KBrO ₃	
Präparate\P013_8.doc	Na ₃ AsO ₃ S*12H ₂ O	
Präparate\P014_9.doc	Na ₃ [Co(NO ₂) ₆]	
Präparate\P015_8.doc	K ₂ [Ni(CN) ₄]	
Präparate\P016_9.doc	[CoCO ₃ (NH ₃) ₄]*1/2H ₂ O	
Präparate\P017_8.doc	Ag ₂ [HgI ₄]	
Präparate\P018_8.doc	SnO	
Präparate\P019_8.doc	SnI ₂	
Präparate\P020_9.doc	K[Sb(OH) ₆]	
Präparate\P021_8.doc	Na ₂ S ₃ O ₆	
Präparate\P022_8.doc	[Fe(C ₅ H ₇ O ₂) ₂ (C ₅ H ₅ N) ₂]	
Präparate\P023_10.doc	H ₃ [P(W ₃ O ₁₀) ₄ *aq]	
Präparate\P024_11.doc	ON(KSO ₃) ₂	
Präparate\P025_8.doc	K ₂ MnO ₄	
Präparate\P026_9.doc	K ₃ [Co(C ₂ O ₄) ₃]*3H ₂ O	
Präparate\P027_9.doc	[Co(en) ₃]Br ₃ *3H ₂ O	
Präparate\P028_11.doc	[Co(en) ₃][Cr(C ₂ O ₄) ₃]*6H ₂ O	
Präparate\P029_8.doc	K ₃ CrO ₈	
Präparate\P030_8.doc	[VO(acac) ₂]	
Präparate\P031_8.doc	KIO ₃	
Präparate\P032_9.doc	[Co(CO ₃)(NH ₃) ₄]NO ₃ *1/2H ₂ O	
Präparate\P033_8.doc	K[CrO ₃ Cl]	
Präparate\P034_8.doc	SnCl ₂ (wasserfrei)	

.....
Testat

.....
Datum

Präparate\P035_7.doc	$(\text{NH}_4)\text{Cr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	
Präparate\P036_7.doc	$\text{KI}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	
Präparate\P037_8.doc	ZnO	
Präparate\P038_9.doc	$\text{BaFeO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	
Präparate\P039_9.doc	$\text{Cd}[\text{CdI}_3]_2$	
Präparate\P040_8.doc	Pb	
Präparate\P041_9.doc	SnBr_4	
Präparate\P042_9.doc	AsI_3	
Präparate\P043_7.doc	BiF_3	
Präparate\P044_9.doc	$\text{K}[\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{S}_2]$	
Präparate\P045_9.doc	$\text{K}_3[\text{Mn}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	
Präparate\P046_8.doc	$\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$	
Präparate\P047_8.doc	$[\text{Mg}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	
Präparate\P048_10.doc	KOCN	
Präparate\P049_8.doc	$[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$	
Präparate\P050_8.doc	Si	
Präparate\P051_11.doc	Me_3SiEt	
Präparate\P052_11.doc	$\text{Me}_3\text{Si}(\text{nPr})$	
Präparate\P053_11.doc	Me_2SiEt_2	
Präparate\P054_11.doc	$(\text{nPr})_2\text{SiMe}_2$	
Präparate\P055_9.doc	Me_3SiOEt	
Präparate\P056_9.doc	$\text{Me}_2\text{Si}(\text{OEt})_2$	
Präparate\P057_9.doc	$\text{Me}_3\text{SiOSiMe}_3$	
Präparate\P058_8.doc	$\text{Mn}(\text{acac})_3$	
Präparate\P059_8.doc	$\text{Fe}(\text{acac})_3$	
Präparate\P060_8.doc	$\text{Co}(\text{acac})_3$	
Präparate\P061_8.doc	$[\text{Ag}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4]\text{S}_2\text{O}_8$	
Präparate\P062_8.doc	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot x\text{H}_2\text{O} \cdot y\text{H}_2\text{O}$	
Präparate\P063_8.doc	CoAl_2O_4	
Präparate\P064_8.doc	Sn	
Präparate\P065_8.doc	$(\text{py})_2\text{INO}_3$	
Präparate\P066_8.doc	Sb	
Präparate\P067_8.doc	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	
Präparate\P068_8.doc	$\text{K}_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	
Präparate\P069_8.doc	Bi	

.....
Testat

.....
Datum

Präparate\P070_11.doc	Cr(ac) ₂ ·2H ₂ O	
Präparate\P071_8.doc	Zinnober	
Präparate\P072_8.doc	NH ₄ (CuS ₄)	
Präparate\P073_8.doc	Bor-nitrid	
Präparate\P074_8.doc	VO ₂	
Präparate\P075_8.doc	Barium-wolframat	
Präparate\P076_8.doc	(NH ₄) ₂ PbCl ₆	
Präparate\P077_8.doc	ZnS ₂ O ₄	
Präparate\P078_8.doc	CuCl	
Präparate\P079_8.doc	Bariumdithionat	
Präparate\P080_8.doc	CuI	
Präparate\P081_3.doc	Ether	
Präparate\P082_3.doc	Ethanol	
Präparate\P083_3.doc	Pyridin	
Präparate\P084_8.doc	(NH ₄) ₂ SnCl ₆	
Präparate\P085_8.doc	Na ₂ S ₂ O ₃	
Präparate\P086_9.doc	Fe ₃ O ₄	
Präparate\P087_8.doc	SrO	
Präparate\P088_8.doc	BaO	
Präparate\P089_9.doc	PbO(rot)	
Präparate\P090_9.doc	Na ₂ CO ₃	
Präparate\P091_8.doc	Na ₃ H ₂ IO ₆	
Präparate\P092_8.doc	Ni(NH ₃) ₆ Cl ₂	
Präparate\P093_8.doc	Ba(PH ₂ PO ₂) ₂	
Präparate\P094_8.doc	Ag	
Präparate\P095_8.doc	K ₂ Na[Co(CN) ₅ NO ₂]	
Präparate\P096_9.doc	[2,4,6-C ₆ H ₂ Br ₃ N ₂] ₂ BF ₄	
Präparate\P097_8.doc	[C ₆ H ₅ N ₂] ₂ BF ₄	

.....

Testat

.....

Datum

Praktikum Anorganische Chemie I



Versuche zur Stoffkunde und Stoffanalytik

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P001_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bis(pentahapto-cyclopentadienyl)eisen, "Ferrocen" $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$

Chemikalien : 30 ml $(\text{C}_5\text{H}_6)_2$ (Dicyclopentadien)
60 ml Dimethoxyethan (DME)
25 g KOH
6,5 g $\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$
25 ml Dimethylsulfoxid (DMSO)

Geräte : 1 Tropftrichter
1 Vigreux-Kolonne mit Destillationsbrücke
1 Glasfritte
 N_2 -Gasflasche

Hinweis : Das Lösen von $\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ in Dimethylsulfoxid kann bis zu einer Stunde dauern, daher sollte dies während der Destillation des Cyclopentadiens geschehen.

Arbeitsvorschrift :

- 1) 30 ml der Dicyclopentadien-Lösung werden über eine Vigreux-Kolonne bis zur thermischen Spaltung in Monomere destilliert (Sdp. C_5H_6 42,5 °C). Aus der frisch destillierten Lösung werden 5,5 ml für die weitere Verwendung entnommen, die restliche Lösung wird in die Vorratsflasche zurückgegeben.
- 2) In einem 250 ml Dreihalskolben mit Magnetrührkern, Tropftrichter und einem Anschluß für Stickstoffspülung werden 60 ml DME und 25 g KOH vorgelegt. Das System wird nun für mehrere Minuten mit N_2 gespült, während die Mischung heftig gerührt wird. Zu dieser Mischung werden dann 5,5 ml der unter 1) destillierten

.....
Testat

.....
Datum

C₅H₆-Lösung gegeben. Anschließend wird eine Lösung von 6,5 g FeCl₂• 4 H₂O in 25 ml DMSO in den Tropftrichter überführt und diese Lösung innerhalb von 30 min langsam zugetropft.

Nach beendeter Zugabe läßt man noch für weitere 30 min rühren und schüttet dann die Mischung auf 90 ml 6 M HCl und 300 g Eis. Nach ca. 15 min wird der Niederschlag über eine Glasfilternutsche abgesaugt und das Produkt mit wenig H₂O gewaschen und an der Luft getrocknet.

Protokoll : Warum ist der dargestellte Eisen-Komplex so außerordentlich stabil ? Belegen Sie diesen Umstand anhand der 18-Elektronenregel. Nennen Sie jeweils 3 weitere Beispiele für Übergangsmetallkomplexe, welche die 18-Elektronenregel erfüllen bzw. nicht erfüllen.

.....

.....

Testat Datum

Int. Kennung: Präparate\P002_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Chrom(III)-acetylacetonat, $\text{Cr}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$

Chemikalien : 2,6 g $\text{CrCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
20 g $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ (Harnstoff)
6 g $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ (Acetylaceton)

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

In einem 250 ml-Erlenmeyerkolben werden 2,6 g $\text{CrCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ in 100 ml Wasser gelöst und anschließend mit 20 g Harnstoff und 6 g Acetylaceton versetzt. Der Erlenmeyerkolben wird mit einem Uhrglas abgedeckt und die Mischung auf einem Wasserbad für mehrere Stunden erwärmt. Nach weiterem Rühren über Nacht kommt es zur Bildung von rotvioletten Kristallen, die nach dem Absaugen an der Luft getrocknet werden.

Das Rohprodukt kann aus einer warmen Toluol/Petrolether- Lösung (1/4), eventuell unter Zusatz von etwas H_2O , umkristallisiert werden.

Protokoll: Zu welcher Gruppe von Chelat-Liganden gehört Acetylacetonat und wie lagert sich dieser an das Zentralatom an ? Nennen Sie 3 weitere Beispiele für mehrzählige Liganden. Was ist der "Chelat-Effekt" ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P003_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Antimon(III)-iodid, SbI_3

Chemikalien: 7 g I_2
3,5 g Sb
150 ml Toluol

Geräte: 1 Rückflußkühler

Arbeitsvorschrift:

In einem 250 ml Kolben mit Rückflußkühler werden zu einer Lösung von 7 g Iod in 150 ml Toluol portionsweise 3,5 g gemörsertes Antimon eingebracht, wobei die Lösung auf ca. 80 °C gehalten wird. Anschließend wird bis zum Verschwinden der Iodfarbe unter Rückfluß gekocht.

Man filtriert dann von nicht umgesetzten Sb ab und kristallisiert SbI_3 aus. Das Produkt wird schließlich durch Trocknen von restlichem Toluol befreit.

Protokoll: Vergleichen Sie die Strukturen von SbCl_3 , SbF_3 , SbCl_5 und SbF_5 mit denen der entsprechenden Phosphorhalogenide und diskutieren Sie dabei eventuell auftretende Unterschiede.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P004_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumhexacyanocobaltat, $K_3[Co(CN)_6]$

Chemikalien : 9 g KCN
4,8 g $CoCl_2 \cdot 6 H_2O$
10 ml Aceton

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Hinweis : Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln! Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

Arbeitsvorschrift:

In einem 100 ml Erlenmeyerkolben wird eine Lösung von 3 g KCN in 20 ml Wasser langsam zu einer gut gerührten Lösung von 4,8 g $CoCl_2 \cdot 6 H_2O$ in 50 ml Wasser gegeben. Anschließend wird der Niederschlag abgesaugt und mit wenig kaltem Wasser und mit 10 ml Aceton gewaschen. Das noch feuchte Salz wird in einen 250 ml Erlenmeyerkolben überführt und mit einer Lösung von 6 g KCN in 25 ml Wasser versetzt.

Die Farbe der Lösung wechselt dabei von Grün nach Rotbraun, zudem ist eine geringe Erwärmung der Lösung festzustellen. Nach 5 min ist die Lösung orange gefärbt. Man erhitzt nun für 15 min zum Sieden und filtriert heiß. Beim Abkühlen der Lösung fallen erste Kristalle von $K_3[Co(CN)_6]$ an. Wegen der guten Wasserlöslichkeit der Verbindung wird das Filtrat bis fast zur Trockene eingedampft und dann die Kristalle abgesaugt.

.....
Testat

.....
Datum

Protokoll: Wie können cyanidhaltige Lösungen "ungefährlich" gemacht werden ?
Erklären Sie die Reaktionsabläufe anhand der auftretenden Färbungen.
Wie würde die Reaktion unter Ausschluß von Luftsauerstoff ablaufen ?



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P005_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kalium- trioxalatoferrat(III)- trihydrat, $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3 H_2O$

Chemikalien : 5,3 g $FeCl_3 \cdot 6 H_2O$
12 g $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

Eine Lösung von 5,3 g $FeCl_3 \cdot 6 H_2O$ in 8 ml Wasser wird zu einer warmen Lösung von 12 g $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ in 20 ml Wasser gegeben. Die Lösung wird mittels eines Eisbades auf 0°C abgekühlt und für einige Zeit bis zur vollständigen Kristallisation auf dieser Temperatur gehalten. Nach Abdekantieren der Mutterlauge wird das Salz in 20 ml warmen Wasser gelöst und erneut abgekühlt. Die Kristalle werden nun abgesaugt und an der Luft getrocknet.

Protokoll: Zu welcher Gruppe von Chelat-Liganden gehört das Oxalat-Anion und wie lagert sich dieser an das Zentralatom an ? Nennen Sie 3 weitere Beispiele für mehrzählige Liganden. Was ist der "Chelat-Effekt" ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P006_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kalium-triiodoplumbat(II), K[PbI₃]

Chemikalien : 4 g Pb(NO₃)₂
15 g KI
20 ml Aceton
30 ml Diethylether

Geräte : 1 Glasfritte mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

Eine heiße Lösung von 4 g Pb(NO₃)₂ in 15 ml Wasser wird mit einer ebenfalls heißen Lösung von 15 g KI in 15 ml Wasser versetzt. Dabei fällt zunächst gelbes PbI₂ aus, das sich beim Abkühlen unter Rühren langsam in hellgelbes K[PbI₃]• 2 H₂O umwandelt. Die Kristalle werden über eine Glasfritte filtriert, ausgepreßt und dann mit 20 ml Aceton von der Fritte gelöst. Wird die Lösung anschließend mit 30 ml Diethylether versetzt, so fällt das Produkt in wasserfreier Form als farbloses Pulver an. Nach weiterem Waschen mit etwas Diethylether wird das Produkt im Vakuumexsikkator getrocknet.

Protokoll: Welche Halogenide des zwei- bzw. vierwertigen Bleis sind existent ?

Vergleichen Sie allgemein die Stabilität von Blei(II) bzw. (IV)-Verbindungen mit denen der analogen Verbindungen des Zinns.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P007_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Ammonium- tetrathiomolybdat(VI), $(\text{NH}_4)_2\text{MoS}_4$

Chemikalien : 5 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$
50 ml 8 N NH_3 - Lösung
Ethanol

Geräte : H_2S - Gasflasche

Arbeitsvorschrift:

5 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ werden in 60 ml Wasser gelöst und anschließend mit 50 ml 8 N Ammoniaklösung versetzt. In die klare Lösung wird dann H_2S bis zur Sättigung eingeleitet. Dabei färbt sich die Lösung zunächst gelb, dann rot und schließlich dunkelbraun.

Aus dieser Lösung fallen braunrote Kristalle des $(\text{NH}_4)_2\text{MoS}_4$ aus, welche nach Abfiltrieren zunächst mit wenig Wasser und dann mit Ethanol gewaschen werden. Anschließend wird das Produkt an der Luft getrocknet.

Protokoll: Zu welchem analytisch wichtigen Nachweis wird $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ eingesetzt (mit Reaktionsgleichung) ? Welche Struktur besitzt das MoS_4^{2-} -Ion ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P008_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kalium- dithioferrat(III), $KFeS_2$

Chemikalien : 5 g Eisenpulver
30 g Schwefelblüte
25 g K_2CO_3
5 g Na_2CO_3
Ethanol

Geräte : 1 Porzellantiegel (vom Assistenten geben lassen)
1 Glasfritte mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift :

5 g Eisenpulver, 30 g Schwefelblüte, 25 g K_2CO_3 und 5 g Na_2CO_3 werden sehr gut gemischt und in einen Porzellantiegel überführt. Das Gemisch wird nun langsam bis zum Schmelzfluß erhitzt und ca. 30 min bei heller Rotglut gehalten. Man läßt dann die Schmelze langsam erkalten, zerschlägt den Porzellantiegel und gibt den Tiegelinhalt in 200 ml warmes Wasser. Dabei bildet sich eine grün gefärbte Lösung, die nach und nach von sich bildenden rotvioletten Kristallen abgegossen wird und durch frisches Wasser ersetzt wird.

Wird keine Substanz aus dem Reaktionsgemisch mehr gelöst, werden die Kristalle über eine Glasfritte filtriert und mit Wasser und Ethanol gewaschen. Getrocknet wird das Produkt bei $100^\circ C$ im Trockenschrank.

Protokoll: Welche Schwefelverbindungen des Eisens kennen Sie noch und wie werden diese dargestellt ? Existieren entsprechende Sauerstoffverbindungen ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P009_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Hexamminkobalt(III)-chlorid, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$

Chemikalien : 6 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
4 g NH_4Cl
1 g Aktivkohle
15 ml konz. Ammoniak

Arbeitsvorschrift:

In einem 100 ml Dreihalskolben werden 6 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ und 4 g NH_4Cl in 5 ml Wasser solange gerührt bis sich fast alles gelöst hat. Anschließend werden 1 g Aktivkohle und 15 ml konz. Ammoniaklösung hinzugefügt. Durch die Lösung wird dann ein kräftiger Luftstrom geleitet, wobei verdampfender Ammoniak durch Zugabe von etwas konz. Ammoniaklösung ersetzt wird. Nach einiger Zeit ist $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ ausgefallen und wird zusammen mit der Aktivkohle abfiltriert. Der Rückstand wird nun mit soviel heißer 2 %iger Salzsäure behandelt, bis sich das Kobaltsalz eben löst. Man filtriert heiß von der Aktivkohle ab und versetzt das Filtrat mit 10 ml konz. Salzsäure. Nach Abkühlen auf 0 °C fällt das Komplexsalz in Form von weinroten Kristallen aus, die abfiltriert, mit Ethanol gewaschen und bei 80 °C im Trockenschrank getrocknet werden.

Protokoll: Wieviele Elektronen besitzt der dargestellte Komplex und welche Aussage bezüglich seiner Stabilität läßt sich daraus schließen ? Ordnen Sie den Liganden " NH_3 " hinsichtlich seiner Stärke ein. Was sind "high-" bzw. "low-spin"-Komplexe ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P010_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kobalt(II)-chlorid (wasserfrei), CoCl_2

Chemikalien: 10 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
40 ml SOCl_2

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Membranpumpe
1 Trockenrohr mit CaCl_2
1 Destillationsbrücke

Hinweis: SOCl_2 entwickelt mit Luftfeuchtigkeit HCl. Daher sind alle Arbeiten unbedingt unter dem Abzug durchzuführen.

Arbeitsvorschrift:

10 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ werden gut gemörsert und in einen 100 ml Kolben überführt. Das Salz wird langsam mit 40 ml SOCl_2 versetzt, der Rückflußkühler auf den Kolben gesetzt und der Kühler mit einem Trockenrohr versehen. Man läßt nun über Nacht rühren und erhitzt dann noch kurz bis zum Rückfluß. Nach Abkühlen wird der Rückflußkühler gegen eine Destillationsbrücke getauscht und überschüssiges SOCl_2 abdestilliert (Sdp $62,5^\circ\text{C}$). Um restliches Thionylchlorid zu entfernen wird anschließend mit der Membranpumpe evakuiert.

Protokoll: Worauf ist die Farbänderung während der Reaktion zurückzuführen? Wie verhält sich die Beständigkeit der Oxidationsstufen +2 und +3 in binären und in Komplexverbindungen des Cobalts? Wie groß ist das berechnete Bohr'sche Magneton des eingesetzten Hexaquakomplexes und welches magnetische Verhalten kann daraus erwartet werden?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P011_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Trimethylborat, $B(OCH_3)_3$

Chemikalien : 0,4 mol B_2O_3
1,6 mol Methanol (CH_3OH)
LiCl

Geräte : 1 Rückflußkühler
1 Destillationsbrücke
1 Scheidetrichter

Arbeitsvorschrift :

In einem 250 ml Dreihalskolben mit Rückflußkühler wird B_2O_3 portionsweise zu Methanol addiert und für eine Stunde unter Rückfluß erhitzt. Anschließend wird der Rückflußkühler gegen eine Destillationsbrücke getauscht und solange destilliert bis die Kopftemperatur 70 °C beträgt (Siedepunkt CH_3OH 65 °C , $B(OCH_3)_3$ 70 °C). Das Destillat wird mit 12 g LiCl für jedes 100 g Gemisch versetzt. Dabei trennt sich die Flüssigkeit in zwei Schichten. Man überführt dann die sich gebildeten Phasen in einen Scheidetrichter und trennt die untere Phase (CH_3OH) ab. Die obere Phase besteht dabei zu 99,5 % aus Trimethylborat.

Protokoll: Weshalb ist es ratsam, getrockneten Methanol zu verwenden? Welchen Sinn hat die Zugabe von LiCl? Welchen einfachen Nachweis kennen Sie für diese Verbindung ? Worauf beruht die sauren Eigenschaft von H_3BO_3 ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P012_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumbromat(V), KBrO_3

Chemikalien : 3,1 g KOH
4 g Br_2

Geräte : 2-ml-Spritze (vom Assistenten geben lassen)

Hinweis : Brom wirkt stark ätzend, die Dämpfe können sowohl Schleimhäute als auch die Lunge angreifen! Alle Arbeiten mit Brom sind daher unbedingt unter dem Abzug durchzuführen.

Arbeitsvorschrift:

In einem 50 ml Erlenmeyerkolben werden 3,1 g KOH unter leichtem Erwärmen in 4 ml Wasser gelöst, anschließend werden tropfenweise 4 g Br_2 (1,3 ml) zu der Lösung gegeben. Die Lösung färbt sich dabei gelb. Entstehendes Kaliumbromat fällt in Form von farblosen Kristallen aus. Nach vollständiger Zugabe von Br_2 wird die Lösung mit Eis abgekühlt. Die Hauptmenge des gebildeten KBrO_3 fällt erst jetzt aus. Die Kristalle werden abfiltriert und aus heißem Wasser umkristallisiert.

Protokoll: Welchem Reaktionstyp liegt die obige Darstellung zugrunde und wie kann aus dem Produkt Brom zurückgewonnen werden? Benennen Sie alle freien Bromsäuren mit Oxidationsstufen des Broms und geben Sie ein Beispiel für deren Darstellung.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P013_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Natriummonothioarsenat(V)-dodekahydrat, $\text{Na}_3\text{AsO}_3\text{S} \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$

Chemikalien: 6 g NaOH
5 g As_2O_3
2 g $1/8 \text{S}_8$

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Hinweis: Informieren Sie sich über die Giftigkeit von Arsenverbindungen!

Arbeitsvorschrift :

In einem 50 ml Erlenmeyerkolben werden 6 g NaOH in 25 ml Wasser gelöst und dann 5 g As_2O_3 unter Umrühren hinzugefügt. Nachdem sich alles gelöst hat, wird das Reaktionsgemisch mit 2 g Schwefelblüte versetzt und ca. 30 min zum leichten Sieden erhitzt.

Anschließend wird von nicht gelöstem Schwefel abfiltriert und die Lösung bis zur Bildung einer Kristallhaut eingeengt. Man kühlt dann die Lösung mit Eis und filtriert die Kristalle über den Porzellantrichter ab. Zur Entfernung der restlichen Mutterlauge werden die Kristalle in einen Porzellantiegel überführt und erwärmt.

Protokoll: Von welcher Sauerstoffsäure des Arsens leitet sich die dargestellte Verbindung ab und wie kann diese dargestellt werden? In welcher Oxidationsstufe liegt Arsen vor? Durch Zusammenschmelzen von Arsen mit Schwefel kann eine Verbindung der Zusammensetzung As_4S_4 („Realgar“) gewonnen werden. Welche Struktur liegt dieser Verbindung zugrunde?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P014_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Natriumhexanitrito- cobaltat(III), $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$

Chemikalien : 30 g NaNO_2
10 g $\text{Co}(\text{NO}_2)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
10 ml Essigsäure ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$)
50 ml Ethanol

Arbeitsvorschrift :

Man löst 30 g NaNO_2 in 30 ml heißem Wasser und läßt diese Lösung auf ca. 50 - 60°C abkühlen (etwas über Handwärme), dabei fällt wieder etwas NaNO_2 kristallin aus. Zu dieser Lösung werden dann 10 g $\text{Co}(\text{NO}_2)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ gegeben. Nachdem sich alles gelöst hat, werden 10 ml Essigsäure unter intensivem Rühren portionsweise hinzugefügt.

Man leitet nun einen kräftigen Luftstrom für ca. 30 min durch die Lösung, wobei sich ein gelbbrauner Niederschlag bildet. Dieser wird nach 2 Stunden abfiltriert und in 10 ml ca. 80°C warmen Wasser gelöst (Filtrat aufbewahren!). Die Lösung wird anschließend heiß filtriert um etwa vorhandenes schwerlösliches $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ abzutrennen. Beide Filtrate werden vereinigt und sollen dabei eine klare Lösung bilden. Zu dieser Lösung werden 50 ml Ethanol unter gutem Rühren gegeben, wobei das gewünschte Produkt ausfällt. Dieses wird nach 3 Stunden abfiltriert und je 3 mal zunächst mit 5 ml Ethanol, dann mit Diethylether gewaschen. Anschließend wird an der Luft getrocknet.

Protokoll: Wieviele Elektronen besitzt der dargestellte Komplex und welche Aussage bezüglich seiner Stabilität läßt sich daraus schließen ? Ordnen

.....
Testat

.....
Datum

Sie den Liganden "NO₂" hinsichtlich seiner Stärke ein. Was sind "high-" bzw. "low-spin"-Komplexe ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P015_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumtetracyanonickolat(II), $K_2[Ni(CN)_4]$

Chemikalien: 2,4 g $NiCl_2 \cdot 6 H_2O$
2,7 g KCN

Hinweis: Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln! Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

Arbeitsvorschrift:

2,4 g $NiCl_2 \cdot 6 H_2O$ werden in Wasser gelöst, anschließend wird $Ni(CN)_2$ durch Zugabe von 1,35 g KCN gefällt. Der Niederschlag wird dann abfiltriert und mit einer warmen, konzentrierten Lösung von 1,35 g KCN in Wasser versetzt. Man engt die Lösung nun bis zur beginnenden Kristallisation ein. Die honiggelben bis orangeroten Prismen von $K_2[Ni(CN)_4] \cdot 3 H_2O$ werden abfiltriert, in ein Reagenzglas überführt und zur Entfernung des Kristallwassers für 2 Stunden auf dem Wasserbad bei 100°C erhitzt. Wasserfreies $K_2[Ni(CN)_4]$ entsteht als blaßgelbes Pulver.

Protokoll: Welche Verbindung entsteht wenn das Produkt mit konzentrierter KCN-Lösung behandelt wird und welche Struktur besitzt die Verbindung? Vergleichen Sie die Anionen $Ni(CN)_4^{2-}$ und $NiCl_4^{2-}$ bezüglich ihrer magnetischen Eigenschaften sowie ihrer Geometrie. Begründen Sie ihre Aussage anhand der Elektronenkonfigurationen der Verbindungen.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P016_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Tetrammincarbonatocobalt(II)-nitrat-hemihydrat, $[\text{CoCO}_3(\text{NH}_3)_4]\text{NO}_3 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$

Chemikalien: 2 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
5,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
10 ml konz. NH_3
Ethanol

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

Man löst 4 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ in 20 ml Wasser und 10 ml konz. NH_3 und versetzt diese Lösung mit 2 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ in 4 ml Wasser. Durch die tiefrote Lösung wird dann für ca. 3 Stunden ein nicht zu starker Luftstrom geleitet, wobei die Farbe nach blutrot umschlägt. Es wird dann auf 10 ml eingeeengt, wobei portionsweise 1 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ zugesetzt werden. Die Lösung wird filtriert und unter Zugabe von 0,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ auf ca. 5 ml eingeeengt.

Nach Erkalten der Lösung werden die Kristalle abgesaugt, zunächst mit wenig Wasser, dann mit Ethanol gewaschen. Das Produkt wird im Trockenschrank bei 100°C getrocknet.

Protokoll: Wieviele Elektronen besitzt der dargestellte Komplex? Benennen Sie jeweils 2 Beispiele für "low-" bzw. "high-spin"-Komplexe des Kobalts.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P017_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Silbertetraiodomercurat(II), $\text{Ag}_2[\text{HgI}_4]$

Chemikalien : 1,7 g KI
2,32 g HgI_2
1,7 g AgNO_3

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Hinweis : Informieren Sie sich über die Giftigkeit von Quecksilberverbindungen!

Arbeitsvorschrift :

Man löst 1,7 g KI in wenig warmem Wasser und versetzt diese Lösung mit 2,32 g HgI_2 . Zu dieser warmen Lösung wird dann eine Lösung aus 1,7 g AgNO_3 in Wasser langsam zugetropft. Dabei fällt ein hellgelber Niederschlag von $\text{Ag}_2[\text{HgI}_4]$ aus, der abfiltriert und mit Wasser gewaschen wird. Anschließend wird das Produkt im Exsikkator getrocknet.

Entnehmen Sie einen kleinen Teil des getrockneten Präparates und überführen Sie ihn in ein Reagenzglas. Erwärmen Sie diesen zunächst leicht, dann etwas stärker. Welche Beobachtungen können Sie machen?

Protokoll: Wie wird der Effekt bezeichnet, der beim Erwärmen dieser Verbindung auftritt? Welche Struktur besitzt das Tetraiodomercurat? Die entsprechende Kaliumverbindung ist in der Analytik als „Neblers Reagens“ bekannt. Zu welchem Nachweis wird sie verwendet und wie lauten die Reaktionsgleichungen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P018_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinn(II)-oxyd, SnO

Chemikalien : 10 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
 Na_2CO_3
konz. HCl

Arbeitsvorschrift:

10 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ werden in möglichst wenig heißer konzentrierter HCl gelöst. Man versetzt die Lösung anschließend solange mit konz. Na_2CO_3 - Lösung bis die Flüssigkeit gegen Phenolphthalein alkalisch reagiert (Vorsicht!, Lösung schäumt stark). Das entstandene farblose Zinnoxidhydrat wird in der Flüssigkeit 2 bis 3 Stunden auf der Heizplatte erhitzt, wobei quantitative Umsetzung zu SnO eintritt. Das blauschwarze, metallisch glänzende SnO wird durch mehrmaliges Dekantieren mit Wasser gereinigt und bei 110°C im Trockenschrank getrocknet.

Protokoll: Warum darf das Produkt bei der Trocknung nicht bis zur Rotglut erhitzt werden? Welche Struktur besitzt $\alpha\text{-SnO}$? Zeigen Sie den amphoteren Charakter dieser Verbindung anhand von Reaktionsgleichungen.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P019_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinn(II)-iodid, SnI_2

Chemikalien : 5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

6 g KI

Ethanol

Arbeitsvorschrift :

5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ werden in 75 ml Wasser gelöst und unter intensivem Rühren rasch mit einer Lösung von 4 g KI in 30 ml Wasser versetzt. Man filtriert die Lösung (Niederschlag aufbewahren) und fügt dem Filtrat eine weitere Lösung von 2 g KI in 15 ml Wasser hinzu. Anschließend wird erneut filtriert, die Niederschläge vereinigt und aus Ethanol umkristallisiert.

Dabei erhält man rote bis orangerote Kristalle von SnI_2 .

Protokoll: Welche Halogenide des zweiwertigen Zinns kennen Sie noch und welche Strukturen besitzen diese ? Zeigen Sie das Reduktionsvermögen des SnCl_2 anhand eines Reaktionsbeispiels. Vergleichen Sie die zweiwertigen Halogenide des Germaniums, Zinns und des Bleis hinsichtlich ihrer Stabilität.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\PO20_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumhexahydroxoantimonat(V), $K[Sb(OH)_6]$

Chemikalien: 2,3 g KOH
3,1 g Sb_2O_3
2 ml H_2O_2 (30 %ig)
20 ml Methanol

Geräte: 1 Glasfritte mit Saugflasche

Hinweis: H_2O_2 (30 %ig) ist ein starkes Oxidationsmittel und muß mit entsprechender Vorsicht gehandhabt werden.

Arbeitsvorschrift:

In einem 50 ml Erlenmeyerkolben werden 2,3 g KOH und 3,1 g Sb_2O_3 vorgelegt. Die Mischung wird dann mit 2 ml Wasser übergossen und auf 60°C erwärmt. Innerhalb von 30 min. wird eine Mischung aus 2 ml 30 %ige H_2O_2 und 20 ml Wasser hinzugefügt und noch für weitere 30 min. die Temperatur auf 60°C gehalten. Die Lösung wird noch warm über eine Glasfritte filtriert und das Filtrat mit 20 ml Methanol versetzt. Dabei fällt das $K[Sb(OH)_6]$ in Form einer sirupösen Masse aus. Man läßt über Nacht stehen und wäscht den Bodenkörper mehrmals mit 50 %igem Methanol. Anschließend wird das Produkt auf einem Wasserbad getrocknet, welches als glasiges, sprödes Präperat anfällt.

Protokoll: Von welchem Oxid leitet sich die freie Säure ab und welche Koordinationszahl besitzt Antimon in dieser Verbindung? Wie können allgemein Antimonate gewonnen werden, die sich von der H_3SbO_4

.....
Testat

.....
Datum

ableiten? Was entsteht, wenn oben dargestellte Verbindung im wäßrigen Medium mit NaCl versetzt wird?



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P021_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Natriumtrithionat, $\text{Na}_2\text{S}_3\text{O}_6$

Chemikalien : 6,2 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$
5,2 ml H_2O_2 (30 %ig)
Ethanol

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Hinweis : H_2O_2 (30 %ig) ist ein starkes Oxidationsmittel und muß mit entsprechender Vorsicht gehandhabt werden.

Arbeitsvorschrift :

In einem 50 ml Erlenmeyerkolben werden 6,2 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ in 5 ml Wasser gelöst und mit einem Eisbad auf 0°C abgekühlt. Anschließend werden langsam 5,2 ml einer 30 %igen H_2O_2 -Lösung zugetropft, wobei darauf zu achten ist, daß die Reaktionstemperatur nicht über 10°C steigt. Nach kurzem Stehen reagiert die Flüssigkeit bei einem Test mit Indikatorpapier neutral, eine Probe bleibt beim Ansäuern klar.

Man kühlt nun sehr stark mit einer Eis/Kochsalzmischung ab, wobei $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ fast vollständig ausfällt. Der Niederschlag wird dann sofort abgesaugt und das Filtrat in Ethanol gegossen. Dabei fällt wasserfreies $\text{Na}_2\text{S}_3\text{O}_6$ aus, das abgesaugt und an der Luft getrocknet wird.

Protokoll: Zu welcher allgemeinen Gruppe von Sauerstoffsäuren des Schwefels gehört die freie Säure des Trithionats und welche Struktureinheit liegt in ihnen vor? Benennen Sie jeweils die verschiedenen Säuren, in denen der

.....
Testat

.....
Datum

Schwefel die Oxidationsstufe von +1 bis +6 besitzt und geben Sie ein Beispiel für die Darstellung der Säuren an.



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P022_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bis-(acetylacetonato)-bis-(pyridin)eisen(II), $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_2]$

Chemikalien: 8,5 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$
10 ml Pyridin
12,5 ml $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ (Acetylaceton)

Geräte: 1 Glasfritte mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

Man stellt zunächst eine fast gesättigte Lösung von 8,5 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ in 15 ml Wasser her und versetzt diese dann mit 10 ml Pyridin und 12,5 ml Acetylaceton. Anschließend wird für mehrere Minuten kräftig gerührt. Die dunkelbraunen Kristalle werden über eine Glasfritte abgesaugt und mit möglichst wenig kaltem Wasser gewaschen.

Das Produkt wird dann in wenig heißem Pyridin gelöst und mit dem gleichen Volumen an Wasser versetzt. Beim Abkühlen mit einem Eisbad kristallisiert das Produkt aus. Die Kristalle werden abgesaugt und im Exsikkator getrocknet.

Protokoll: Welche Koordinationsgeometrie besitzt das Eisen in dem dargestellten Komplex und welche magnetische Eigenschaften sind zu erwarten? Entscheiden Sie ob Pyridin oder das Oxalat-Anion der stärkere Ligand ist.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P023_10.doc

Punkte: 10

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

12-Wolframo-1-phosphorsäure, $H_3[P(W_3O_{10})_4 \cdot aq]$

Chemikalien: 10 g $Na_2WO_4 \cdot 2 H_2O$
5 g $Na_2HPO_4 \cdot 12 H_2O$
15 ml konz. HCl
Diethylether

Geräte: 1 Scheidetrichter

Arbeitsvorschrift:

Eine Lösung von 10 g $Na_2WO_4 \cdot 2 H_2O$ in 15 ml Wasser wird mit 5 g $Na_2HPO_4 \cdot 12 H_2O$ versetzt und bis zur völligen Auflösung des Salzes erhitzt. Anschließend wird die Lösung bei ca. 80°C solange eingedampft, bis sich eine Kristallhaut bildet. Unter langsamem Rühren werden dann 15 ml konz. HCl hinzugefügt. Ein vorübergehender auftretender Niederschlag löst sich wieder klar auf. Nach beendeter Zugabe wird erneut bis zur Bildung einer Kristallhaut eingedampft. Die Flüssigkeit, sowie die ausgeschiedenen Kristalle werden in einen Scheidetrichter überführt und dann unter Schütteln mit soviel Diethylether versetzt, bis sich 3 Phasen ausbilden. Die untere, ölige Phase enthält eine etherische Lösung von $H_3[P(W_3O_{10})_4 \cdot aq]$, die mittlere Phase ist wässrig, die obere Phase besteht aus überschüssigem Ether.

Man trennt nun die untere Phase ab und verdampft den Ether vorsichtig auf einem Wasserbad.

Das Produkt wird dann aus wenig Wasser (ca. 5 bis 6 ml) umkristallisiert. Sollte eine Blaufärbung der Lösung auftreten, so kann diese durch Zugabe von etwas Chlorwasser beseitigt werden.

.....
Testat

.....
Datum

Protokoll: Beschreiben Sie knapp die Struktur des Dodecawolframophosphat-Anions. Welche Hetero- bzw. Isopolysäuren des Wolframs kennen Sie noch und wie werden sie dargestellt (3-4 Beispiele)? Welches Element bildet ebenfalls solche Strukturen?



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\PO24_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumnitrosodisulfonat „Fremys Salz“, $\text{ON}(\text{KSO}_3)_2$

Chemikalien : 8,6 g NaNO_2
11,9 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$
5 ml Eisessig
6,25 ml 10 M NH_3
6,5 g KMnO_4
KCl
Ethanol
Diethylether

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Hinweis : Vor der Versuchsdurchführung sollten alle in der Arbeitsvorschrift erwähnten Lösungen angesetzt und bereit gehalten werden. Das Produkt darf nicht in einem Schraubgefäß aufbewahrt werden, da bei Zersetzung Gasentwicklung auftritt.

Arbeitsvorschrift:

8,6 g NaNO_2 werden in 25 ml Eiswasser gelöst und mit 50 g Eis versetzt. Zu dieser Lösung werden unter kräftigem Rühren 25 ml einer frischen Lösung von 11,9 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ in 25 ml Wasser gegeben. Anschließend werden noch 5 ml Eisessig hinzugefügt, wobei sich die Lösung schwach gelblich färbt. Nach 3 bis 5 min werden noch 6,25 ml einer 10 M Ammoniaklösung hinzugesetzt und zu der Mischung eine Lösung von 6,5 g KMnO_4 in 100 ml Wasser innerhalb von 5 min zugetropft. Man läßt das abgeschiedene Manganoxidhydrat kurz absitzen und filtriert dann ab. Das violette Filtrat wird mit dem doppeltem Volumen einer bei Zimmertemperatur gesättigten

.....
Testat

.....
Datum

Lösung KCl versetzt. Man läßt unter Kühlung mit einer Eis/Kochsalzmischung auskristallisieren und saugt die Kristalle ab. Diese werden dann mit wenig Eiswasser, Ethanol und schließlich mit Diethylether (Lösungsmittel vorher mit einigen Tropfen konz. NH_3 versetzen) gewaschen. Getrocknet wird das Produkt im Vakuumexsikkator über KOH.

Protokoll: Zeichnen Sie die Struktur dieser Verbindung. In welcher Oxidationsstufe liegen Stickstoff und Schwefel vor? Ist die freie Säure dieser Verbindung bekannt? Wie liegt die Verbindung in Lösung und als Feststoff vor? Welchem Stickoxid ist sie damit vergleichbar?



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P025_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliummanganat (VI), K_2MnO_4

Chemikalien: 15 g KOH
5 g $KMnO_4$
1N KOH- Lösung

Arbeitsvorschrift:

In einem 100-ml-Erlenmeyerkolben werden 15 g KOH in 25 ml Wasser gelöst und mit 5 g gepulvertem $KMnO_4$ versetzt. Anschließend wird die Mischung für ca. 2 h erhitzt, bis die Flüssigkeit rein grün gefärbt ist. Durch Ersatz des verdampften Wassers wird die Lösung zum Schluß wieder auf ihr Anfangsvolumen gebracht. Nach Abkühlen mit einem Eisbad fallen schwärzlichgrüne Kristalle von K_2MnO_4 aus, die mit einer Fritte abfiltriert und mit wenig kalter 1 N KOH- Lösung gewaschen werden. Das Produkt wird im Exsikkator über P_4O_{10} getrocknet.

Protokoll: Welche Reaktion findet beim Ansäuern der dargestellten Verbindung statt (Reaktionsgleichung)? Geben Sie Beispiele für die Darstellung von Manganoxiden der Oxidationsstufen +2 bis +7.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P026_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kalium- trioxalatokobaltat(III)-trihydrat, $K_3[Co(C_2O_4)_3] \cdot 3 H_2O$

Chemikalien: 6,3 g $H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$
18,5 g $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$
6 g $CoCO_3$
6 g PbO_2
6,5 ml Eisessig
125 ml Ethanol

Hinweis: Das Produkt muß unter Lichtausschluß aufbewahrt werden, da es sich sonst allmählich zersetzt.

Arbeitsvorschrift:

In 125 ml heißem Wasser werden 6,3 g $H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$, 18,5 g $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ und 6 g $CoCO_3$ in dieser Reihenfolge unter Umrühren gelöst. Die Lösung wird dann auf 40 bis 50°C abgekühlt und unter intensivem Rühren mit 6 g PbO_2 versetzt. Dabei wechselt die Farbe der Lösung von rot nach tief grün. Anschließend wird tropfenweise 6,5 ml Eisessig zugesetzt und die Mischung für 1 h gerührt.

Nach dieser Zeit werden die Bleioxide abfiltriert, die Lösung mit einem Eisbad abgekühlt und mit 125 ml Ethanol versetzt. Nach wenigen Minuten scheiden sich tiefgrüne bis schwarz erscheinende Kristalle an $K_3[Co(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ ab, die abfiltriert und getrocknet werden.

Protokoll: Welche Koordinationsgeometrie liegt dem dargestellten Komplex zugrunde? Welche zweizähligen Liganden kennen Sie noch? Welche magnetischen Eigenschaften würde ein Hexaqua-Komplex des

.....
Testat

.....
Datum

zweiwertigen Kobalts besitzen? Begründen Sie dies anhand der Elektronenkonfiguration.



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P027_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Tris- (ethyldiamin)-kobalt(III)-bromid-trihydrat, $[\text{Co}(\text{en})_3]\text{Br}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$

Chemikalien: 5 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
16 ml $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Ethyldiamin)
1 g NH_4NO_3
10 g KBr
HCl

Hinweis: Nach der Oxidation des Kobalts kann die Lösung im Reaktionsgefäß verschlossen über Nacht aufbewahrt werden.

Arbeitsvorschrift:

In einem 250 ml Dreihalskolben werden 5 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ in 140 ml Wasser gelöst und mit 16 ml $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ versetzt. Durch die Lösung wird dann für ca. 4 h ein kräftiger Luftstrom geleitet, wobei sich die Lösung rotbraun färbt. Diese wird mit HCl angesäuert und auf einem Wasserbad bis zu einem Kristallbrei eingedampft. Man löst nun das Reaktionsprodukt mit der eben ausreichenden Menge an Wasser und versetzt mit 1 g NH_4NO_3 . Dabei fällt ein Nebenprodukt, das $[\text{CoCl}_2(\text{en})_2]\text{NO}_3$ aus, welches abfiltriert wird. Aus dem Filtrat wird durch Zusatz von 10 g KBr das $[\text{Co}(\text{en})_3]\text{Br}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ in Form sehr feiner gelboranger Nadeln gefällt, die abfiltriert und getrocknet werden.

Protokoll: Welche Koordinationsgeometrie liegt dem dargestellten Komplex zugrunde und wieviele Elektronen besitzt dieser? Welche Liganden, die das Zentralatom über den Stickstoff koordinieren, kennen Sie noch?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P028_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

**Tris-(ethylendiamin)-kobalt(III)-trioxalato-chromat(III)-hexahydrat,
[Co(en)₃][Cr(C₂O₄)₃] • 6 H₂O**

Chemikalien: 5 g CoCl₂ • 6 H₂O
16 ml NH₂CH₂CH₂NH₂ • H₂O (Ethylendiamin)
1 g NH₄NO₃
10 g KBr
27 g H₂C₂O₄ • 2 H₂O
12 g K₂C₂O₄ • H₂O
12 g K₂Cr₂O₇
HCl
Ethanol
Diethylether

Hinweis: Die unter 1) hergestellte Lösung kann nach der Oxidation des Kobalts im Reaktionsgefäß verschlossen über Nacht aufbewahrt werden. Während der Oxidation sollte die Lösung 2) angesetzt werden.

Arbeitsvorschrift:

1) In einem 250 ml- Dreihalskolben werden 5 g CoCl₂ • 6 H₂O in 140 ml Wasser gelöst und mit 16 ml NH₂CH₂CH₂NH₂ • H₂O versetzt. Durch die Lösung wird dann für ca. 4 h ein kräftiger Luftstrom geleitet, wobei sich die Lösung rotbraun färbt. Diese wird mit HCl angesäuert und auf einem Wasserbad bis zu einem Kristallbrei eingedampft. Man löst nun das Reaktionsprodukt mit der eben ausreichenden Menge an Wasser und versetzt mit 1 g NH₄NO₃. Dabei fällt ein Nebenprodukt, das

.....
Testat

.....
Datum

$[\text{CoCl}_2(\text{en})_2]\text{NO}_3$ aus, welches abfiltriert wird. Aus dem Filtrat wird durch Zusatz von 10 g KBr das $[\text{Co}(\text{en})_3]\text{Br}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ in Form sehr feiner gelboranger Nadeln gefällt, die abfiltriert werden.

- 2) In einem 500 ml Erlenmeyerkolben werden 27 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ und 12 g $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 400 ml Wasser unter leichten Erwärmen gelöst. Anschließend werden 12 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ in möglichst wenig Wasser gelöst und tropfenweise unter Rühren der anderen Lösung zugefügt. Nachdem sich die Lösung rein grün gefärbt hat, wird diese auf etwa 100 ml eingeengt. Man läßt nun langsam abkühlen, wobei dunkelgrüne Kristalle von $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ausfallen, welche abfiltriert werden.
- 3) Die unter 1) und 2) dargestellten Verbindungen werden in der eben ausreichenden Menge an Wasser gelöst und unter gutem Umrühren zusammengewaschen. Dabei fällt $[\text{Co}(\text{en})_3][\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ sofort in Form von hellbraunen Kristallen aus. Man läßt nun für mehrere Stunden stehen, filtriert die Kristalle ab und wäscht diese zunächst mit Wasser, dann mit Ethanol und schließlich mit Diethylether. Getrocknet wird das Produkt im Exsikkator über konz. H_2SO_4 .

Protokoll: Benennen Sie jeweils für Kobalt und Chrom 2 Beispiele für Komplexe mit abgeschlossener Edelgasschale. Ist Ethylendiamin oder das Oxalat-Anion der stärkere Ligand? Wie lassen sich Halogen-Anionen hinsichtlich der Ligandenstärke einordnen?

Int. Kennung: Präparate\P029_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumperoxochromat, K_3CrO_8

Chemikalien: 60 ml H_2O_2 (3 %ig)
5 ml H_2O_2 (30 %ig)
5 ml KOH (50 %ig)
5 g K_2CrO_4
Ethanol
Diethylether

Geräte: 1 Glasfritte mit Saugflasche

Hinweis: H_2O_2 (30 %ig) ist ein starkes Oxidationsmittel und muß mit der entsprechenden Vorsicht gehandhabt werden.

Arbeitsvorschrift:

In einem 100-ml-Erlenmeyerkolben wird ein Gemisch aus 60 ml 3 %iger H_2O_2 , 5 ml 30 %iger H_2O_2 und 5 ml 50 %iger KOH angesetzt und mit einer Eis/Kochsalzmischung so abgekühlt, daß die Reaktionsmischung zu einem dicken Brei erstarrt. Man versetzt die Mischung nun mit 5 g gepulvertem K_2CrO_4 und läßt den Erlenmeyerkolben für weitere 2 h in der Kältemischung stehen. Nach dieser Zeit ist der Inhalt wieder flüssig geworden und das K_3CrO_8 hat sich in Form von rotbraunen Kristallen abgeschieden. Diese werden über eine Glasfritte abfiltriert, mit Ethanol und dann mit Diethylether gewaschen. Getrocknet wird das Produkt im Exsikkator.

Protokoll: Welche Struktur besitzt die dargestellte Verbindung und in welcher Oxidationsstufe liegt Chrom vor? Welche Peroxochromate sind noch

.....
Testat

.....
Datum

existent? Vergleichen Sie die Darstellungsweisen der verschiedenen Peroxochromate.



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P030_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Vanadyl-acetylacetonat, [VO(acac)₂]

Chemikalien: 5 g V₂O₅
9 ml konz. H₂SO₄
25 ml Ethanol
13 ml C₅H₈O₂ (Acetylaceton)
20 g Na₂CO₃ (wasserfrei)
Chloroform

Arbeitsvorschrift:

In einem 100 ml Erlenmeyerkolben werden 5 g V₂O₅ in 12 ml Wasser gelöst, mit 9 ml konz. H₂SO₄ und 25 ml Ethanol versetzt. Die Lösung rührt für ca. 1 bis 2 h, wobei die Farbe der Lösung von Grün nach Blau wechselt. Anschließend filtriert man von nicht umgesetztem V₂O₅ ab und versetzt das Filtrat mit 13 ml Acetylaceton. Zur Neutralisation der Lösung wird eine Sodalösung aus 20 g Na₂CO₃ in 125 ml Wasser hergestellt und langsam unter Rühren hinzugefügt. Das Produkt wird dann abfiltriert, an der Luft getrocknet und aus CHCl₃ umkristallisiert.

Protokoll: Beschreiben Sie kurz die Struktur von V₂O₅. Worauf ist der Farbwechsel von grün nach blau während der Reaktion zurückzuführen? Welche Beobachtung würden Sie machen wenn Sie eine salzsaure Vanadium(V)-Lösung mit Zink versetzen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P031_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumiodat, KIO_3

Chemikalien: 5 g KMnO_4
2,5 g KI
Ethanol
Essigsäure

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift :

In einem 250 ml Kolben werden 5 g KMnO_4 in 125 ml heißem Wasser gelöst und mit einer konzentrierten Lösung von 2,5 g KI in Wasser versetzt. Das Gemisch wird für ca. 30 min in einem siedenden Wasserbad erhitzt, anschließend wird überschüssiges KMnO_4 durch langsame Zugabe von Ethanol beseitigt. Dabei entfärbt sich die Lösung. Es wird dann filtriert, das Filtrat mit Essigsäure angesäuert und auf dem Wasserbad bis zum Kristallisationspunkt eingedampft.

Die ausgeschiedenen Kristalle werden dann abgesaugt und mit wenig Ethanol gewaschen. Eindampfen der Mutterlauge bis zum erneuten Kristallisationspunkt ergibt weitere Kristalle von KIO_3 . Getrocknet wird das Produkt im Trockenschrank bei 60 °C.

Protokoll: Welche Sauerstoffsäuren des Iod sind bekannt? Geben sie deren Darstellung anhand von Reaktionsgleichungen an und bestimmen Sie jeweils die Oxidationsstufe des Iods in den Säuren.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P032_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Carbonatotetrammincobalt(III)-nitrat-semihydrat, $[\text{Co}(\text{CO}_3)(\text{NH}_3)_4]\text{NO}_3 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$

Chemikalien: 6 g CoCO_3
50 ml 2 N HNO_3
75 ml konz. NH_3
40,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
Ethanol

Arbeitsvorschrift:

6 g CoCO_3 werden in 50 ml 2n HNO_3 gelöst und anschließend die Lösung filtriert. Das Filtrat wird in eine Mischung aus 75 ml konz. NH_3 und 30 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ in 150 ml Wasser gegossen. Durch die entstandene tiefviolette Lösung wird dann für ca. 3 h ein kräftiger Luftstrom geleitet, wobei sich die Lösung blutrot färbt. Diese wird auf etwa 90 ml eingengt und während des Eindampfens portionsweise mit 7,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ versetzt. Das noch heiße Gemisch wird filtriert und unter Zusatz von 3 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ auf 50 ml weiter eingengt.

Beim Abkühlen der Lösung scheidet sich das Salz in Form purpurroter Kristalle ab, die nach dem Abfiltrieren zunächst mit verdünnten Ethanol, dann mit reinem Ethanol gewaschen werden. Aus der Mutterlauge läßt sich eine zweite Fraktion gewinnen, indem man die Lösung weiter eindampft, den anfallenden Kristallbrei mit der etwa 15fachen Gewichtsmenge Wasser extrahiert und aus diesem Extrakt durch Zusatz der 2-3fachen Volumenmenge Ethanol $[\text{Co}(\text{CO}_3)(\text{NH}_3)_4]\text{NO}_3 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ fällt. Getrocknet wird das Produkt im Exsikkator über konz. H_2SO_4 .

.....
Testat

.....
Datum

Protokoll: Wieviele Elektronen besitzt der dargestellte Komplex? Nennen Sie jeweils 2 Beispiele für "low-" bzw. "high-spin"-Komplexe des Kobalts.



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P033_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kalium- monochlorochromat, $K[CrO_3Cl]$

Chemikalien: 5 g $K_2Cr_2O_7$
6,5 ml konz. HCl
Eisessig

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

In einem 50 ml Erlenmeyerkolben wird eine Mischung aus 6,5 ml konz. HCl und 5 ml Wasser angesetzt und auf 70 °C erwärmt. Anschließend werden 5 g gepulvertes $K_2Cr_2O_7$ in die Lösung eingebracht und die Lösung heiß (Erlenmeyerkolben in heißes Wasserbad stellen) filtriert. Der Kolben mit dem Filtrat wird mit einem Uhrglas abgedeckt und ca. 1 bis 2 Tage stehen gelassen. Nach dieser Zeit werden die Kristalle abfiltriert und aus Eisessig umkristallisiert. Getrocknet wird das Produkt im Vakuumexsikkator über konz. H_2SO_4 .

Protokoll: Welche Struktur besitzt das Monochlorchromat-Anion? Kennen Sie noch weitere Chromyl-Halogenide und wie lassen sich diese darstellen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P034_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinn(II)-chlorid (wasserfrei), SnCl_2

Chemikalien: 11,3 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
10 g $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ (Essigsäureanhydrid)
Diethylether

Geräte: 1 100-ml-Dreihalskolben
1 Rückflußkühler
1 Feststofftrichter
1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

In einem 100 ml Dreihalskolben mit aufgesetzten Rückflußkühler werden 10 g Essigsäureanhydrid vorgelegt und langsam unter gutem Rühren mit 11,3 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ versetzt. Die Entwässerung tritt dabei augenblicklich unter starker Wärmeentwicklung ein und das wasserfreie Salz scheidet sich in Form farbloser Kristalle ab. Nach 1 h wird das Salz abgesaugt, zweimal mit wenig Diethylether gewaschen und im Vakuumexsikkator getrocknet.

Protokoll: Wie liegt SnCl_2 im gasförmigen und im festen Zustand vor? Beschreiben Sie anhand von Reaktionsgleichungen das Reduktionsvermögen von SnCl_2 bei Reaktion in saurer Lösung mit KMnO_4 , K_2CrO_4 und H_2SO_3 . Ist PbCl_2 ebenfalls dazu in der Lage?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P035_7.doc

Punkte: 7

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Ammoniumchrom(III)-sulfat-dodecahydrat, $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$

Chemikalien : 6 g $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
3,5 g Ethanol
50 ml 2 M H_2SO_4

Arbeitsvorschrift:

In einem 100 ml Erlenmeyerkolben werden 6 g $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ in Wasser gelöst und mit 3,5 g Ethanol, sowie 50 ml einer 2 M H_2SO_4 - Lösung versetzt. Die Reaktionstemperatur sollte Raumtemperatur nicht überschreiten (gegebenenfalls kühlen), um die Bildung des $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{SO}_4)_2]$ - Komplexes zu vermeiden. Nach mehreren Stunden ist die Reduktion unter Bildung einer blauvioletten Lösung beendet und der Ammoniumchromalaun scheidet sich in Form rotvioletter Kristalle ab. Diese werden abfiltriert und getrocknet.

Protokoll: Zu welcher Verbindungsklasse gehört das dargestellte Präparat? Nennen Sie noch weitere Verbindungen die ebenfalls dazugehören und beschreiben Sie kurz die Eigenschaften.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P036_7.doc

Punkte: 7

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumtriiodid-monohydrat, $KI_3 \cdot H_2O$

Chemikalien : 1,7 g KI
2,5 g I_2

Arbeitsvorschrift:

Man stellt zunächst eine heiß gesättigte Lösung von 1,7 g KI in Wasser her und versetzt diese mit 2,5 g I_2 . Nach der vollständigen Auflösung des Iods wird mit einem Eisbad auf 0 °C abgekühlt, worauf $KI_3 \cdot H_2O$ auskristallisiert. Die Kristalle werden abfiltriert und im Exsikkator getrocknet.

Protokoll: Welche Struktur besitzt das I_3^- - Anion im Vergleich zu dem I_3^+ -Kation (Argumentieren Sie mit Hilfe des VSEPR-Modells)? Existieren noch weitere Polyiod-Anionen und nach welchem Strukturprinzip sind diese aufgebaut ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P037_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinkoxid, ZnO

Chemikalien: 5,5 g ZnCl_2
6,3 g $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
0,5 ml 2 M HCl
0,5 ml 2 M NH_3

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

Es wird zunächst das für die Zersetzung zu ZnO erforderliche $\text{ZnC}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ hergestellt. Dazu löst man 5,5 g ZnCl_2 in 40 ml Wasser und versetzt mit 0,5 ml 2 M HCl. Es wird dann eine zweite Lösung angesetzt, die aus 6,3 g $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 55 ml Wasser mit einem Zusatz von 0,5 ml 2 M NH_3 besteht. Beide Lösungen werden auf 70 °C erwärmt und dann die Oxalatlösung langsam unter ständigem Rühren der Zinksalzlösung hinzugefügt. Dabei fällt $\text{ZnC}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ aus, das nach dem Absitzen durch mehrmaliges Dekantieren gewaschen wird bis sich kein Cl^- mehr nachweisen läßt. Anschließend wird der Niederschlag abgesaugt und in einen Porzellantiegel überführt.

Der Tiegel wird zunächst langsam auf 240 °C erhitzt und für weitere 12 h auf dieser Temperatur belassen, dabei verliert das Salz sein Kristallwasser fast vollständig. Das wasserfreie Oxalat wird dann bei 400 °C innerhalb von 4 h in ZnO überführt.

Protokoll: In welcher Struktur liegt ZnO vor? Welche einfache Zinkverbindung besitzt die gleiche Gitterstruktur (beschreiben Sie diese in kurzen

.....
Testat

.....
Datum

Worten)? Zu welchem analytisch wichtigen Nachweis wird ZnO verwendet?



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P038_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bariumferrat(VI)-monohydrat, $\text{BaFeO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Chemikalien: 5 g Eisen- Pulver

10 g KNO_3

BaCl_2 - Lösung

Ethanol

Diethylether

Geräte: 1 Glasfritte mit Saugflasche

Gebläsebrenner

Arbeitsvorschrift :

5 g Eisen- Pulver und 10 g KNO_3 werden gut gemischt und in einen Porzellantiegel überführt. Anschließend wird das Gemisch mit einem Gebläsebrenner solange erhitzt, bis es vollständig durchreagiert hat. Man läßt nun abkühlen und extrahiert mit 25 ml in einem Eisbad gekühlten Wasser, welches dann schnell über eine Glasfritte filtriert wird. Das Filtrat wird mit einer BaCl_2 - Lösung versetzt und zur vollständigen Fällung für einige Zeit stehen gelassen. Der Niederschlag wird dann abfiltriert, mit Wasser, Ethanol und Diethylether gewaschen und schließlich im Vakuumexsikkator getrocknet. Man erhält auf diese Weise $\text{BaFeO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ als rotes, kristallines Pulver.

Protokoll: Welche magnetischen Eigenschaften und welche Struktur liegt dem $[\text{FeO}_4]^{2-}$ -Anion zugrunde? Wie beständig ist die Verbindung in alkalischer und in saurer Lösung? Kennen Sie noch weitere Ferrate in denen das Eisen eine andere Oxidationsstufe besitzt?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P039_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Cadmium- triiodocadmat(II), $\text{Cd}[\text{CdI}_3]_2$

Chemikalien: 13 g $3\text{CdSO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$
Zink- Granalien
5 g Iod

Hinweis: Die Reduktion von $\text{CdSO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ zu elementarem Cadmium benötigt 2 Tage !

Arbeitsvorschrift:

13 g $3\text{CdSO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ werden in 50 ml Wasser gelöst und mit einigen Zinkgranalien versetzt. Man läßt nun die Lösung für ca. 2 Tage stehen, wobei fast alles Cadmium als Schwamm gefällt wird. Zur Reinigung des Metalls wird dieses mehrfach mit heißem Wasser ausgekocht.

2,5 g Cadmiumschwamm werden in einen 50 ml Rundkolben überführt und mit 5 g Iod und 13 ml Wasser versetzt. Der Rundkolben wird dann mit einem Rückflußkühler versehen und das Gemisch für ca. 3 h unter Rückfluß gekocht. Durch kurzzeitiges Kochen ohne Rückflußkühlung wird dann nicht umgesetztes Iod vertrieben. Man filtriert anschließend von nicht umgesetztem Cadmium ab und dampft das klare Filtrat bis zu einem Kristallbrei ein. Dieser wird noch von den Mutterlaugeresten abfiltriert und das Präparat bei 80°C im Trockenschrank getrocknet.

Protokoll: Welche Strukturen besitzen CdF_2 , CdCl_2 und CdI_2 ? Welche Halogenkomplexe des Cadmiums existieren noch und wie können diese dargestellt werden? Bildet Quecksilber vergleichbare Verbindungen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P040_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Blei, Pb

Chemikalien: 3 g PbS
5,4 g PbO
Na₂CO₃
K₂CO₃

Geräte: Gebläsebrenner

Arbeitsvorschrift :

3 g PbS und 5,4 g PbO werden in einem Mörser innig vermischt und in einen Tontiegel überführt, der zuvor mit einem Gemisch aus Na₂CO₃ und K₂CO₃ im Verhältniss 1:1 beschickt worden ist. Auf die Bleisalze wird dann eine weitere Schicht des Flußmittels gegeben und das Reaktionsgemisch mit einem Gebläsebrenner für ca. 45 min auf Rotglut erhitzt. Während der Reaktion sollte die Mischung wenn möglich mehrmals mit einem Magnesiastäbchen umgerührt und weiteres Flußmittel zugesetzt werden.

Nach Abkühlen wird der Tiegel zerschlagen und der Schmelzkuchen mehrmals mit heißem Wasser gewaschen.

Protokoll: Wie verhält sich Blei gegenüber oxidierenden und nichtoxidierenden Säuren? Was ist „pyrophores Blei“, „Bleiglätte“ und „Mennige“?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P041_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinn(IV)-bromid, SnBr₄

Chemikalien: 5 g Zinnpulver
13 g Br₂

Geräte: 1 100-ml-Dreihalskolben
1 Rückflußkühler
1 Tropftrichter
1 Destillationsbrücke
1 N₂ - Gasflasche

Hinweis: Brom wirkt stark ätzend, die Dämpfe können sowohl Schleimhäute als auch die Lunge angreifen! Alle Arbeiten mit Brom sind daher unbedingt unter dem Abzug durchzuführen.

Arbeitsvorschrift:

In einem 100 ml Dreihalskolben mit seitlichem Gaseinlaß, Rückflußkühler mit einem Anschluß zu einem Blasenähler und Tropftrichter werden 5 g Zinnpulver vorgelegt und dann die Apparatur für mehrere Minuten mit N₂ gespült. Anschließend werden 13 g Br₂ in den Tropftrichter überführt und langsam tropfenweise zugegeben. Das Brom reagiert dabei mit dem Zinnpulver unter Feuererscheinung. Nach beendeter Zugabe wird das Kühlwasser aus dem Rückflußkühler entfernt und das Gemisch so erhitzt, daß nicht abreagiertes Brom entweicht.

Der Rückflußkühler wird dann gegen eine Destillationsbrücke getauscht und SnBr₄ (Siedepunkt 203 °C) ohne Wasserkühlung destilliert (Heizpilz verwenden!).

.....
Testat

.....
Datum

Protokoll: Welche Halogenide des vierwertigen Zinns existieren und wie werden diese dargestellt? Wie können daraus Hexahalogeno-stannate gewonnen werden? Beschreiben Sie kurz die Struktur von SnF_4 . Welche Halogenide des vierwertigen Zinns sind auch in der zweiwertigen Stufe bekannt?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P042_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Arsen(III)-iodid, AsI₃

Chemikalien: 2 g As₂O₃
15 ml konz. HCl
10 g KI
75 ml Diethylether

Geräte: 1 Glasfritte mit Saugflasche

Hinweis: Informieren Sie sich über die Giftigkeit von Arsenverbindungen !

Arbeitsvorschrift:

2 g As₂O₃ werden in 15 ml konz. HCl gelöst und mit 10 g KI in 10 ml Wasser versetzt. Man läßt die Mischung ca. 5 min rühren und filtriert dann über eine Glasfritte ab. Das Rohprodukt wird in 150 ml Diethylether aufgenommen, filtriert und dann bis zur Kristallisation eingeengt. Nach erneuter Filtration wird AsI₃ im Trockenschrank bei 70 °C getrocknet.

Protokoll: Welche Halogenide des Arsens kennen Sie? Benennen Sie die Aggregatzustände der einzelnen Halogenide bei Raumtemperatur und diskutieren Sie deren Struktur nach dem VSEPR-Modell. Wie reagiert AsCl₃ mit H₂O (Reaktionsgleichung)?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P043_7.doc

Punkte: 7

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bismut(III)-fluorid, BiF₃

Chemikalien: 2 g NaF
5 g Bi(NO₃)₃• 5 H₂O
50 ml Essigsäure (20 %ig)
Eisessig
Ethanol

Geräte: 1 Glasfritte mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

2 g NaF werden in 50 ml Wasser gelöst und mit einigen Tropfen Eisessig angesäuert. Zu dieser Lösung wird dann unter intensivem Rühren eine Lösung von 5 g Bi(NO₃)₃• 5 H₂O in 50 ml 20 %iger Essigsäure gegeben. Den dabei entstehenden Niederschlag von BiF₃ läßt man noch für ca. 1 bis 2 h in der Reaktionslösung stehen und filtriert dann über eine Glasfritte ab. Der Niederschlag wird 4 bis 5mal mit Wasser, das mit einigen Tropfen Eisessig angesäuert wurde, gewaschen, anschließend zweimal mit Ethanol. Getrocknet wird das feinkristalline, farblose Präparat bei 110 °C im Trockenschrank.

Protokoll: Welche Produkte entstehen, wenn BiF₃ mit
a) elementarem Fluor,
b) Alkalimetallfluoriden
weiter umgesetzt wird und welche Struktur besitzen diese Produkte? Wie gelangt man ausgehend von Bismuttrihalogeniden zu

.....
Testat

.....
Datum

Bismutmonohalogeniden und Bismutoxohalogeniden? Beschreiben Sie die Synthesewege anhand von Reaktionsgleichungen.



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P044_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumethylxanthogenat, $K[C(OC_2H_5)_2S_2]$

Chemikalien : 5 g KOH
80 ml Ethanol
CaO
CS₂
Diethylether

Geräte : 1 Scheidetrichter
1 Rückflußkühler
1 Destillationsbrücke
1 Trockenrohr

Hinweis : Nach dem Trocknen ist das Ethanol sofort zu verbrauchen oder gegen Luftfeuchtigkeit geschützt aufzubewahren.
 $K[C(OC_2H_5)_2S_2]$ ist nach dem Trocknen ebenfalls vor Luftfeuchtigkeit geschützt aufzubewahren.

Arbeitsvorschrift :

- 1) 80 ml Ethanol wird mit der gleichen Gewichtsmenge an körnigen CaO in einem 250 ml-Kolben vorgelegt und bis zur Gelbfärbung der Suspension unter Rückfluß erhitzt. Anschließend wird der Rückflußkühler gegen eine Destillationsbrücke, die mit einem Trockenrohr versehen ist, getauscht und das Ethanol (Siedepunkt 78 °C) abdestilliert.
- 2) 5 g KOH werden in 50 ml wasserfreiem Ethanol gelöst und tropfenweise mit CS₂ versetzt. Dabei fällt das $K[C(OC_2H_5)_2S_2]$ in Form von gelben Kristallnadeln aus.

.....
Testat

.....
Datum

Man versetzt nun die Lösung solange mit CS_2 , bis sich eine zweite, leichtere Phase gebildet hat. Das Gemisch wird nun in einen Scheidetrichter überführt und die untere Phase abgetrennt. Durch Zusatz von Diethylether wird das $\text{K}[\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)\text{S}_2]$ wieder ausgefällt, filtriert und mit Diethylether gewaschen. Anschließend wird das Produkt im Vakuumexsikkator getrocknet.

Protokoll: Welche Struktur besitzen $\text{K}[\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)\text{S}_2]$ und CS_2 ? Ist eine Trithio-kohlensäure bekannt und wie läßt sich diese darstellen? Vergleichen Sie die Eigenschaften der Thiosäure mit der homologen Kohlensäure.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P045_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumhexacyanomanganat(III)-trihydrat, $K_3[Mn(CN)_6] \cdot 3 H_2O$

Chemikalien: 5 g $MnSO_4 \cdot H_2O$
7,5 g $NaHCO_3$
13,5 g KCN
17 ml H_2O_2 (3 %ig)
Ethanol

Geräte: 1 Glasfritte mit Saugflasche

Hinweis: Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln! Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

Arbeitsvorschrift:

Eine Lösung von 7,5 g $NaHCO_3$ in 100 ml Wasser wird mit 5 g $MnSO_4 \cdot H_2O$ in 20 ml Wasser versetzt, wobei $MnCO_3$ ausfällt. Der Niederschlag wird abfiltriert und mit reichlich Wasser gewaschen. Das noch feuchte Mangancarbonat wird dann mit einer Lösung von 13,5 g KCN in 25 ml Wasser gut verrührt. Die dabei entstehende blaue Lösung von $K_4[Mn(CN)_6]$ wird nun auf ca. 15 °C abgekühlt und langsam unter ständigem Rühren mit 17 ml 3 %iger H_2O_2 versetzt. Sobald die Farbe der Reaktionslösung nach dunkelbraun umgeschlagen ist, wird schnell über eine Glasfritte filtriert und das Filtrat abgekühlt (am besten über Nacht im Kühlschrank). Die abgeschiedenen Kristalle werden filtriert, mit Ethanol gewaschen und im Exsikkator getrocknet.

.....
Testat

.....
Datum

Protokoll: Geben Sie Beispiele für Mangan-Sauerstoffverbindungen der Oxidationsstufen +2 bis +7 und deren Darstellung anhand von Reaktionsgleichungen. Welche Farben besitzen die Manganionen in wäßriger Lösung?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P046_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kobalt(II)- tetrathiocyanatomercurat(II), $\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$

Chemikalien: 3,75 g HgCl_2
4,25 g NH_4SCN
4 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
Ethanol

Hinweis: Informieren Sie sich über die Giftigkeit von Quecksilberverbindungen.

Arbeitsvorschrift:

3,75 g HgCl_2 und 4,25 g NH_4SCN werden in 60 ml Wasser gelöst und unter Rühren tropfenweise mit einer Lösung von 4 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ in 8 ml Wasser versetzt. Dabei fallen tiefblaue Kristalle aus. Man läßt die Lösung über Nacht stehen und filtriert dann die Kristalle. Diese werden mit Ethanol gewaschen und bei 110 °C im Trockenschrank getrocknet.

Protokoll: Vergleichen Sie die Strukturen von $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ und $\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ mit den entsprechenden Cyanoverbindungen. Wie werden diese dargestellt? Existieren auch vergleichbare Halogenverbindungen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P047_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bis(8-hydroxychinolato)diaqua-magnesium(II), $[\text{Mg}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$

Chemikalien : 2,9 g $\text{C}_9\text{H}_7\text{ON}$ (8- Hydroxychinolin)
4 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
Eisessig
konz. NH_3

Arbeitsvorschrift :

2,9 g 8-Hydroxychinolin werden mit gerade soviel heißem Eisessig versetzt, daß eine fast gesättigte Lösung entsteht. Anschließend verdünnt man mit dem 10fachen Volumen an heißem Wasser. 4 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ werden in Wasser gelöst und die Lösung auf 70 bis 80 °C erwärmt. Die Magnesiumsalzlösung wird nun langsam unter Rühren zu der heißen Oxinlösung gegeben. Nach der Zugabe wird das Reaktionsgemisch vorsichtig mit konz. NH_3 auf pH 9 gebracht und noch für ca. 1 h erwärmt. Die Kristalle werden dann abfiltriert, mit heißem Wasser gewaschen und bei 110 °C im Trockenschrank getrocknet.

Protokoll: Wie läßt sich wasserfreies MgCl_2 gewinnen und welcher Strukturtyp liegt der Verbindung zugrunde? Welche Verbindungen entstehen wenn MgCl_2 in Diethylether und in Ammoniak gelöst werden? In welcher Struktur kristallisiert MgF_2 ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P048_10.doc

Punkte: 10

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kaliumcyanat, KOCN

Chemikalien: 5 g KCN
10 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$
KOH
8,4 g KMnO_4
 H_2O_2 - Lösung
Ethanol
Methanol

Hinweis: Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln!. Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

Arbeitsvorschrift:

Man bereitet zunächst frisch gefälltes $\text{Cu}(\text{OH})_2$ vor, indem 10 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ mit KOH versetzt werden und der Niederschlag bis zur Sulfatfreiheit (Prüfen !) mit Wasser gewaschen wurde. Danach werden 5 g KCN und 5 g KOH in einem 250 ml Becherglas eingewogen und in kleinen Portionen mit dem noch feuchten $\text{Cu}(\text{OH})_2$ versetzt. Die Mischung wird gut mit einem Glasstab verrührt und mit einem Wasserbad auf Zimmertemperatur gehalten. Sollte sich das KCN und KOH nicht lösen, können noch wenige ml Wasser hinzugefügt werden, ohne jedoch die Lösung unnötig zu verdünnen. Hat die Mischung Zimmertemperatur erreicht, werden 8,4 g KMnO_4 in möglichst wenig Wasser gelöst und tropfenweise hinzugefügt. Dabei ist

.....
Testat

.....
Datum

darauf zu achten, daß das Reaktionsgemisch nicht zu heiß wird. Nach beendeter Zugabe wird noch für 2 h auf 60 °C erwärmt und dann der Lösung einige Tropfen H₂O₂- Lösung hinzugefügt um überschüssiges KMnO₄ zu entfernen. Es wird dann filtriert und das Filtrat auf ca. 10 ml im Vakkumexsikkator (nicht erhitzen!) eingengt. Dies kann über mehrere Tage dauern. Das ausgefallene KOCN wird schließlich aus einer Mischung von 20 Volumenteilen Ethanol, 4 Teilen Wasser und 4 Teilen Methanol umkristallisiert.

Protokoll: Erklären Sie den Begriff „Pseudohalogenide“. Welche funktionellen Gruppen gehören noch zu den Pseudehalogeniden?

.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P049_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Chlorpentammincobalt(III)-chlorid, $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$

Chemikalien: 6 g CoCO_3
15 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
45 g NH_4Cl
konz. NH_3
2 N HCl
konz. HCl
Ethanol

Arbeitsvorschrift:

6 g CoCO_3 werden in 50 ml 2 N HCl gelöst, die Lösung filtriert und in ein Gemisch aus 15 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, 75 ml konz. NH_3 und 75 ml Wasser gegossen. Man leitet nun für ca. 3 h einen kräftigen Luftstrom durch die Lösung, wobei sich diese violettrot färbt. Anschließend werden 45 g NH_4Cl hinzugefügt und das Gemisch soweit eingedunstet, bis eine breiige Konsistenz entstanden ist. Zu diesem Rückstand gibt man nun solange 2 N HCl, bis kein CO_2 mehr entweicht und die Lösung deutlich sauer reagiert. Anschließend wird mit NH_3 wieder alkalisch gemacht und zusätzlich 5 ml konz. NH_3 hinzugefügt. Die Lösung wird für 30 min gekocht und dann mit 100 ml konz. HCl versetzt. Man erhitzt wiederum für 30 min und läßt dann die Lösung abkühlen. Aus der Lösung scheiden sich violette Kristalle ab, die zuerst mit 2 N HCl und dann mit Ethanol gewaschen werden. Getrocknet wird das Produkt an der Luft.

Protokoll: Welche magnetischen Eigenschaften sind für diese Verbindung zu erwarten? Begründen Sie dies anhand der Elektronenkonfiguration.

.....
Testat

.....
Datum

Geben Sie 3 Beispiele für paramagnetische Kobaltkomplexe mit unterschiedlichen Bohrschen Magnetonen. Nach welcher Formel werden diese berechnet?



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P050_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Silicium, Si

Chemikalien: 9 g SiO_2
10 g Al
12 g $1/8 \text{S}_8$
Mg
 BaO_2
Mg- Draht
HCl

Geräte: 1 Tontiegel (Blumentopf)

Hinweis: Das Zündgemisch aus Mg und BaO_2 darf beim Mischen nicht! gemörsert werden. Die Durchführung des Versuches nur in Gegenwart eines Assistenten und nach Absprache.

Arbeitsvorschrift:

9 g SiO_2 , 10 g Aluminiumgrieß und 12 g Schwefelblume werden gut gemischt und in einen Tontiegel überführt. Man legt in der Mitte des Gemisches eine Vertiefung an und füllt diese mit einem Zündgemisch, bestehend aus Mg und BaO_2 (im Verhältniss 3 zu 2). Der Tontiegel wird dann in einem Sandbad gut befestigt und in das Zündgemisch ein Magnesiumdraht gesteckt. Die Lunte wird gezündet, wobei bei Erreichen der Zündmischung eine heftige Reaktion eintritt, die sich unter Aufglühen durch das Reaktionsgemisch fortsetzt. Nach Erkalten des Tiegels wird dieser zerschlagen und die Masse mit Wasser übergossen (H_2S - Entwicklung!). Die Siliciumkugeln werden mechanisch von Schlackeresten befreit und in einem Becherglas mehrere Tage mit

.....
Testat

.....
Datum

halbkonzentrierter HCl behandelt. Danach wird noch mit konz. HCl ausgekocht und die Lösung vom Silicium abdekantiert.

Protokoll: Wie wird Silicium großtechnisch dargestellt und wozu wird es verwendet? Kann Silicium analog dem Kohlenstoff Diamant- und Graphitstrukturen annehmen (Begründung)? Erklären Sie kurz anhand des Begriffs „Halbleiter“ das Bändermodell.



.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\PO51_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Ethyl-trimethyl-silan, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)$

Chemikalien: 16,3 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$
26,5 g $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$
4,4 g Mg (Späne)
130 ml Dibutylether
50 ml HCl (10 %ig)

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Tropftrichter
1 Trockenrohr
1 Scheidetrichter
1 Destillationsbrücke
1 Vigreuxkolonne

Hinweis: Der für die Reaktion benötigte Dibutylether sollte getrocknet sein. Zum Starten der Umsetzung des Alkylhalogenids mit Mg (Grignardreagenz) kann entweder etwas Iod hinzugefügt oder mit einer Heißluftpistole erhitzt werden (Assistenten fragen).

Arbeitsvorschrift:

1) In einem 500 ml Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler, der mit einem Trockenrohr versehen wurde, werden 4,4 g Mg- Späne vorgelegt und mit soviel Dibutylether versetzt, daß diese gerade bedeckt sind. Der Tropftrichter wird mit einer Lösung aus 26,5 g $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ in 30 ml Dibutylether gefüllt, die dann langsam zutropft wird. Das Starten der Reaktion ist an einer aufkommenden Trübung und

.....
Testat

.....
Datum

gleichzeitigen Erwärmung der Lösung zu erkennen. Sollte dies nicht geschehen, siehe Hinweis. Ist die Reaktion angesprungen, wird unter ständigem Zutropfen die Lösung des Halogenids portionsweise mit 80 ml Dibutylether weiter verdünnt, wobei darauf zu achten ist, daß die Umsetzung unter leichter Erwärmung weiter verläuft. Nach beendeter Zugabe läßt man die Mischung noch für 1 h rühren.

- 2) Nach der Darstellung des Grignardreagenzes werden 16,3 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ in 20 ml Dibutylether in den Tropftrichter überführt und langsam zugetropft. Ist die Zugabe beendet, wird das Gemisch noch für 2 bis 3 h unter Rückfluß erhitzt. Man läßt dann die Lösung abkühlen und befüllt den Tropftrichter zur Hydrolyse des überschüssigen Grignardreagenzes mit 50 ml 10 %iger HCl. Die Lösung wird dann zugetropft, wobei die Hydrolyse unter starkem Aufschäumen eintritt. Anschließend wird noch für 10 min kräftig gerührt und dann das Gemisch filtriert. Das Filtrat wird in einen Scheidetrichter überführt und die etherische Phase abgetrennt. Diese wird mit MgSO_4 getrocknet und erneut filtriert. Man destilliert dann das Filtrat über eine Vigreuxkolonne, wobei das Produkt zuerst (Siedepunkt 62°C) überdestilliert. Dibutylether siedet erst bei 142°C .

Protokoll: Beschreiben Sie kurz die Eigenschaften von Grignardverbindungen und deren Darstellung und geben Sie einige Beispiele für deren Verwendung (mit Reaktionsgleichung).

.....

Testat

.....

Datum

Int. Kennung: Präparate\P052_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

***n*Propyl-trimethyl-silan, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}(\text{C}_3\text{H}_7)$**

Chemikalien: 16,3 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$
20,9 g $\text{C}_3\text{H}_7\text{Br}$
4,4 g Mg (Späne)
160 ml Diethylether
50 ml HCl (10 %ig)

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Tropftrichter
1 Trockenrohr
1 Scheidetrichter
1 Destillationsbrücke
1 Vigreuxkolonne

Hinweis: Der für die Reaktion benötigte Ether sollte über KOH getrocknet worden sein. Zum Starten der Umsetzung des Alkylhalogenids mit Mg (Grignardreagenz) kann entweder etwas Iod hinzugefügt oder mit einer Heißluftpistole erhitzt werden (Assistenten fragen).

Arbeitsvorschrift:

1) In einem 500 ml Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler, der mit einem Trockenrohr versehen wurde, werden 4,4 g Mg- Späne vorgelegt und mit soviel Diethylether versetzt, daß diese gerade bedeckt sind. Der Tropftrichter wird mit einer Lösung aus 20,9 g $\text{C}_3\text{H}_7\text{Br}$ in 30 ml Diethylether gefüllt, die dann langsam zugetropft wird. Das Starten der Reaktion ist an einer aufkommenden

.....
Testat

.....
Datum

Trübung und gleichzeitigen Erwärmung der Lösung zu erkennen. Sollte dies nicht geschehen, siehe Hinweis. Ist die Reaktion angesprungen, wird unter ständigem Zutropfen die Lösung des Halogenids portionsweise mit 80 ml Diethylether weiter verdünnt, wobei darauf zu achten ist, daß die Umsetzung unter leichtem Sieden des Ethers weiter verläuft. Nach beendeter Zugabe läßt man die Mischung noch für 1 h rühren.

- 2) Nach der Darstellung des Grignardreagenzes werden 16,3 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ in 50 ml Diethylether in den Tropftrichter überführt und langsam zugetropft. Ist die Zugabe beendet, wird das Gemisch noch für 2 bis 3 h unter Rückfluß erhitzt. Man läßt dann die Lösung abkühlen und befüllt den Tropftrichter zur Hydrolyse des überschüssigen Grignardreagenzes mit 50 ml 10 %iger HCl. Die Lösung wird dann zugetropft, wobei die Hydrolyse unter starkem Aufschäumen eintritt. Anschließend wird noch für 10 min kräftig gerührt und dann das Gemisch filtriert. Das Filtrat wird in einen Scheidetrichter überführt und die etherische Phase abgetrennt. Diese wird mit MgSO_4 getrocknet und erneut filtriert. Man destilliert dann das Filtrat über eine Vigreuxkolonne, wobei zunächst der Ether (Siedepunkt $34,6\text{ }^\circ\text{C}$) überdestilliert. Der Siedepunkt des Produktes beträgt $90\text{ }^\circ\text{C}$.

Protokoll: Beschreiben Sie kurz die Eigenschaften von Grignardverbindungen und deren Darstellung und geben Sie einige Beispiele für deren Verwendung (mit Reaktionsgleichung).

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P053_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Diethyl- dimethyl- silan, $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$

Chemikalien: 12,9 g $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$
37,4 g $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$
6,8 g Mg (Späne)
200 ml Diethylether
80 ml HCl (10 %ig)

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Tropftrichter
1 Trockenrohr
1 Scheidetrichter
1 Destillationsbrücke
1 Vigreuxkolonne

Hinweis: Der für die Reaktion benötigte Ether sollte über KOH getrocknet worden sein. Zum Starten der Umsetzung des Alkylhalogenids mit Mg (Grignardreagenz) kann entweder etwas Iod hinzugefügt oder mit einer Heißluftpistole erhitzt werden (Assistenten fragen).

Arbeitsvorschrift:

1) In einem 500-ml-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler, der mit einem Trockenrohr versehen wurde, werden 6,8 g Mg- Späne vorgelegt und mit soviel Diethylether versetzt, daß diese gerade bedeckt sind. Der Tropftrichter wird mit einer Lösung aus 37,4 g $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ in 50 ml Diethylether gefüllt, die dann langsam zutropft wird. Das Starten der Reaktion ist an einer aufkommenden Trübung und

.....
Testat

.....
Datum

gleichzeitigen Erwärmung der Lösung zu erkennen. Sollte dies nicht geschehen, siehe Hinweis. Ist die Reaktion angesprungen, wird unter ständigem Zutropfen die Lösung des Halogenids portionsweise mit 100 ml Diethylether weiter verdünnt, wobei darauf zu achten ist, daß die Umsetzung unter leichtem Sieden des Ethers weiter verläuft. Nach beendeter Zugabe läßt man die Mischung noch für 1 h rühren.

- 2) Nach der Darstellung des Grignardreagenzes werden 12,9 g $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ in 50 ml Diethylether in den Tropftrichter überführt und langsam zugetropft. Ist die Zugabe beendet, wird das Gemisch noch für 2 bis 3 h unter Rückfluß erhitzt. Man läßt dann die Lösung abkühlen und befüllt den Tropftrichter zur Hydrolyse des überschüssigen Grignardreagenzes mit 80 ml 10 %iger HCl. Die Lösung wird dann zugetropft, wobei die Hydrolyse unter starkem Aufschäumen eintritt. Anschließend wird noch für 10 min kräftig gerührt und dann das Gemisch filtriert. Das Filtrat wird in einen Scheidetrichter überführt und die etherische Phase abgetrennt. Diese wird mit MgSO_4 getrocknet und erneut filtriert. Man destilliert dann das Filtrat über eine Vigreuxkolonne, wobei zunächst der Ether (Siedepunkt $34,6\text{ }^\circ\text{C}$) überdestilliert. Der Siedepunkt des Produktes beträgt $96\text{ }^\circ\text{C}$.

Protokoll: Beschreiben Sie kurz die Eigenschaften von Grignardverbindungen und deren Darstellung und geben Sie einige Beispiele für deren Verwendung (mit Reaktionsgleichung).

Int. Kennung: Präparate\P054_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Di(nPropyl)-dimethyl-silan, $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{C}_3\text{H}_7)_2$

Chemikalien: 12,9 g $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$
29,5 g $\text{C}_3\text{H}_7\text{Br}$
6,8 g Mg (Späne)
200 ml Diethylether
80 ml HCl (10 %ig)

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Tropftrichter
1 Trockenrohr
1 Scheidetrichter
1 Destillationsbrücke
1 Vigreuxkolonne

Hinweis: Der für die Reaktion benötigte Ether sollte über KOH getrocknet worden sein. Zum Starten der Umsetzung des Alkylhalogenids mit Mg (Grignardreagenz) kann entweder etwas Iod hinzugefügt oder mit einer Heißluftpistole erhitzt werden (Assistenten fragen)

Arbeitsvorschrift:

1) In einem 500 ml Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler, der mit einem Trockenrohr versehen wurde, werden 6,8 g Mg- Späne vorgelegt und mit soviel Diethylether versetzt, daß diese gerade bedeckt sind. Der Tropftrichter wird mit einer Lösung aus 29,5 g $\text{C}_3\text{H}_7\text{Br}$ in 50 ml Diethylether gefüllt, die dann langsam zugetropft wird. Das Starten der Reaktion ist an einer aufkommenden

.....
Testat

.....
Datum

Trübung und gleichzeitigen Erwärmung der Lösung zu erkennen. Sollte dies nicht geschehen, siehe Hinweis. Ist die Reaktion angesprungen, wird unter ständigem Zutropfen die Lösung des Halogenids portionsweise mit 100 ml Diethylether weiter verdünnt, wobei darauf zu achten ist, daß die Umsetzung unter leichtem Sieden des Ethers weiter verläuft. Nach beendeter Zugabe läßt man die Mischung noch für 1 h rühren.

- 2) Nach der Darstellung des Grignardreagenzes werden 12,9 g $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ in 50 ml Diethylether in den Tropftrichter überführt und langsam zugetropft. Ist die Zugabe beendet, wird das Gemisch noch für 2 bis 3 h unter Rückfluß erhitzt. Man läßt dann die Lösung abkühlen und befüllt den Tropftrichter zur Hydrolyse des überschüssigen Grignardreagenzes mit 80 ml 10 %iger HCl. Die Lösung wird dann zugetropft, wobei die Hydrolyse unter starkem Aufschäumen eintritt. Anschließend wird noch für 10 min kräftig gerührt und dann das Gemisch filtriert. Das Filtrat wird in einen Scheidetrichter überführt und die etherische Phase abgetrennt. Diese wird mit MgSO_4 getrocknet und erneut filtriert. Man destilliert dann das Filtrat über eine Vigreuxkolonne, wobei zunächst der Ether (Siedepunkt $34,6\text{ }^\circ\text{C}$) überdestilliert. Der Siedepunkt des Produktes beträgt $142\text{ }^\circ\text{C}$.

Protokoll: Beschreiben Sie kurz die Eigenschaften von Grignardverbindungen und deren Darstellung und geben Sie einige Beispiele für deren Verwendung (mit Reaktionsgleichung).

Int. Kennung: Präparate\P055_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Ethoxy- trimethylsilan, $(\text{CH}_3)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)$

Chemikalien: 16,3 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$
6,9 g Ethanol
11,9 g Pyridin
80 ml Diethylether

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Destillationsbrücke
1 Vigreuxkolonne
1 Trockenrohr
1 Tropftrichter
1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Hinweis: Der Ether sollte über KOH getrocknet worden sein, der Alkohol frisch aus einer Flasche mit p.A. -Ware entnommen worden sein

Arbeitsvorschrift:

In einem 250 ml Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler, der mit einem Trockenrohr versehen wurde, werden 16,3 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ und 11,9 g Pyridin in 50 ml Diethylether vorgelegt. Der Tropftrichter wird dann mit einer Lösung von 6,9 g Ethanol in 20 ml Diethylether versehen, die langsam zugetropft wird. Die Reaktion beginnt sofort unter Bildung eines farblosen Niederschlages. Nach beendeter Zugabe wird das Gemisch noch für ca. 1 h unter Rückfluß erhitzt und dann der Niederschlag von der Lösung getrennt.

.....
Testat

.....
Datum

Die Lösung wird in einen Rundkolben überführt und über eine Vigreuxkolonne fraktioniert destilliert, wobei der Ether bei einem Siedepunkt von 34,6 °C und das Produkt bei 75° C überdestillieren.

Protokoll: Welche Aufgabe hat das Pyridin bei der Reaktion? Welches Produkt entsteht noch wenn man bei der Reaktion H₂O hinzufügen würde?
Worin liegt der Unterschied einer Destillation mit einer Vigreuxkolonne zu einer „normalen“ Destillation?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P056_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Diethoxy- dimethylsilan, $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$

Chemikalien: 12,9 g $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$
9,2 g Ethanol
15,8 g Pyridin
80 ml Diethylether

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Destillationsbrücke
1 Vigreuxkolonne
1 Trockenrohr
1 Tropftrichter
1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Hinweis: Der Ether sollte über KOH getrocknet worden sein, der Alkohol frisch aus einer Flasche mit p.A. -Ware entnommen worden sein

Arbeitsvorschrift:

In einem 250 ml Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler, der mit einem Trockenrohr versehen wurde, werden 12,9 g $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ und 15,8 g Pyridin in 50 ml Diethylether vorgelegt. Der Tropftrichter wird dann mit einer Lösung von 9,2 g Ethanol in 20 ml Diethylether versehen, die langsam zugetropft wird. Die Reaktion beginnt sofort unter Bildung eines farblosen Niederschlages. Nach beendeter Zugabe wird das Gemisch noch für ca. 1 h unter Rückfluß erhitzt und dann der Niederschlag von der Lösung getrennt.

.....
Testat

.....
Datum

Die Lösung wird in einen Rundkolben überführt und über eine Vigreuxkolonne fraktioniert destilliert, wobei der Ether bei einem Siedepunkt von 34,6 °C und das Produkt bei 114 °C überdestillieren.

Protokoll: Welche Aufgabe hat das Pyridin bei der Reaktion? Welches Produkt entsteht noch wenn man bei der Reaktion H_2O hinzufügen würde?
Worin liegt der Unterschied einer Destillation mit einer Vigreuxkolonne zu einer „normalen“ Destillation?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P057_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Hexamethyl- disiloxan, $(\text{CH}_3)_3\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_3$

Chemikalien: 21,7 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$
90 ml Diethylether
 $\text{MgSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ (Trockenmittel)

Geräte: 1 Rückflußkühler
1 Vigreuxkolonne
1 Destillationsbrücke
1 Tropftrichter
1 Blasenähler
1 Scheidetrichter

Arbeitsvorschrift:

In einem 250 ml Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflußkühler, an dessen oberem Ende eine Gasableitung, die zu einem Blasenähler führt, angeschlossen wurde, werden 80 ml Diethylether und 30 ml dest. H_2O vorgelegt. Das entstehende Zweiphasensystem wird kräftig gerührt. Eine Lösung von 21,7 g $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ in 20 ml Diethylether wird in den Tropftrichter gegeben und dann langsam zugetropft. Die Reaktion läßt sich anhand der freiwerdenden HCl am Blasenähler beobachten. Zur vollständigen Umsetzung wird nach beendeter Zugabe die Reaktionslösung noch für ca. 2 h unter Rückfluß erhitzt. Anschließend wird die wäßrige Phase mit einem Scheidetrichter abgetrennt und die organische Phase mit $\text{MgSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ getrocknet. Es wird dann filtriert und das Filtrat über eine Vigreuxkolonne fraktioniert destilliert, wobei der Ether bei einem Siedepunkt von $34,6^\circ\text{C}$ und das Produkt bei 101°C überdestillieren.

.....
Testat

.....
Datum

Protokoll: Was ist die „Rochow-Synthese“ und welche technische Bedeutung kommt ihr zu? Welche Produkte entstehen allgemein bei der Hydrolyse von R_2SiCl_2 und $RSiCl_3$?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P058_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Mangan(III)acetylacetonat, Mn(acac)₃

Chemikalien: 2,6 g MnCl₂• 4 H₂O
13,1 g NaCH₃CO₂
10 g C₅H₈O₂ (Acetylaceton)
0,52 g KMnO₄

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift :

2,6 g MnCl₂• 4 H₂O werden in 100 ml Wasser gelöst und dann mit 6,8 g NaCH₃CO₂ versetzt. Zu dieser Mischung werden 10 g Acetylaceton gegeben, die Lösung für einige Minuten kräftig gerührt und anschließend mit einer Lösung von 0,52 g KMnO₄ in 25 ml Wasser innerhalb von 15 min portionsweise unter Rühren versetzt. Nach beendeter Zugabe läßt man noch für weitere 10 min rühren und versetzt dann das Reaktionsgemisch mit einer Lösung von 6,3 g NaCH₃CO₂ in 25 ml Wasser. Die so entstandene dunkle Lösung wird für 15 min auf ca 70°C erwärmt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Man filtriert über einen Porzellantrichter und wäscht das Produkt mit 60 ml kaltem Wasser. Das Mn(acac)₃ wird in einem Vakuumexsikkator über CaCl₂ getrocknet.

Protokoll: Zu welcher Gruppe von Chelat-Liganden gehört Acetylacetonat und wie lagert sich dieser an das Zentralatom an? Nennen Sie 3 weitere Beispiele für mehrzählige Liganden. Was ist der „Chelat-Effekt“?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P059_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Eisen(III)acetylacetonat, Fe(acac)₃

Chemikalien: 3,3 g FeCl₃• 6 H₂O
3,8 g C₅H₈O₂ (Acetylaceton)
10 ml Methanol
5,1 g NaCH₃CO₂

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

3,3 g FeCl₃• 6 H₂O werden in 25 ml Wasser gelöst und innerhalb von 15 min unter kräftigem Rühren mit einer Lösung von 3,8 g Acetylaceton in 10 ml Methanol versetzt. Nach beendeter Zugabe wird dann zu der nun blutrot gefärbten Lösung innerhalb von 5 min eine Lösung von 5,1 g NaCH₃CO₂ in 15 ml Wasser gegeben, wobei ein roter Feststoff ausfallen sollte. Das Reaktionsgemisch wird dann auf 80°C erwärmt und für 15 min auf dieser Temperatur belassen. Man läßt dann die Mischung auf Raumtemperatur abkühlen und kühlt dann mit einem Eisbad. Das ausgefallene Fe(acac)₃ wird über einen Porzellantrichter abgesaugt, mit 100 ml kaltem Wasser gewaschen und im Vakuumexsikkator über CaCl₂ getrocknet.

Protokoll: Zu welcher Gruppe von Chelat-Liganden gehört Acetylacetonat und wie lagert sich dieser an das Zentralatom an? Nennen Sie 3 weitere Beispiele für mehrzählige Liganden. Was ist der „Chelat-Effekt“?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P060_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kobalt(III)acetylacetonat, Co(acac)₃

Chemikalien: 2,5 g CoCO₃
20 ml C₅H₈O₂ (Acetylaceton)
30 ml H₂O₂ (10 %ig)

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

2,5 g CoCO₃ werden in einem 100 ml Rundkolben eingewogen und 20 ml Acetylaceton hinzugefügt. Die Mischung wird unter Rühren auf 90 °C erwärmt und dann bei dieser Temperatur tropfenweise mit einer Lösung von 30 ml 10 %iger H₂O₂ versetzt. Dabei sollte der Rundkolben zwischen den einzelnen Zugaben mit einem Uhrglas abgedeckt werden. Nach beendeter Zugabe (innerhalb von 30 min) läßt man noch für 15 min weiterrühren und kühlt dann die Mischung zunächst auf Raumtemperatur ab, dannach mit einer Eis/ Kochsalzmischung. Nach 30 min wird das dunkelgrüne Produkt abgesaugt und bei 110 °C im Trockenschrank getrocknet.

Protokoll: Zu welcher Gruppe von Chelat-Liganden gehört Acetylacetonat und wie lagert sich dieser an das Zentralatom an? Nennen Sie 3 weitere Beispiele für mehrzählige Liganden. Was ist der „Chelat-Effekt“?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P061_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Tetrapyridino-silber(II)peroxodisulfat, $[\text{Ag}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4]\text{S}_2\text{O}_8$

Chemikalien: 2,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
0,5 g AgNO_3
5 ml Pyridin
Ethanol

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

2,5 g $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ werden in 25 ml Wasser gelöst und langsam mit einer Lösung von 0,5 g AgNO_3 in 10 ml Wasser und 5 ml Pyridin versetzt. Die Lösung wird bis zur vollständigen Zugabe des AgNO_3 gerührt, anschließend abgekühlt und das Produkt abfiltriert. Man wäscht das $[\text{Ag}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4]\text{S}_2\text{O}_8$ zunächst mit 2 mal 10 ml kaltem Wasser, dannach mit 2 mal 10 ml Ethanol und trocknet es auf Filterpapier.

Protokoll: Welche Rolle spielt Pyridin in dem dargestellten Komplex und welche geometrische Anordnung liegt vor? Vergleichen Sie die Stabilität der Oxidationsstufen des Ag und Au von +1 bis +3.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P062_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Natriumperoxoborat, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot x\text{H}_2\text{O}_2 \cdot y \text{H}_2\text{O}$

Chemikalien: 6 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$
40 ml NaOH (3,3 %ig)
40 ml H_2O_2 (6 %ig)
Ethanol
Diethylether

Geräte : 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

6 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ werden in 40 ml 3,3 %iger NaOH gelöst und die Mischung mit einem Eisbad abgekühlt. Dannach wird langsam unter ständigem Rühren eine 6 %ige H_2O_2 - Lösung hinzugefügt. Die Mischung für weitere 20 min gerührt bis die Kristallisation des Produktes vollständig ist. Man filtriert das Peroxoborat ab und wäscht zunächst mit Ethanol, dann mit Diethylether. Getrocknet wird das Produkt auf Filterpapier.

Protokoll: Welche Verwendung findet das dargestellte Präparat in der Industrie ?
Welche Struktur besitzt das eingesetzte Borax und für welche analytischen Zwecke kann es genutzt werden?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P063_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Thénards Blau, CoAl_2O_4

Chemikalien: 2,4 g CoCO_3
3,1 g Al(OH)_3
6,6 g KCl

Geräte: 1 Porzellantiegel

Arbeitsvorschrift:

2,4 g CoCO_3 und 3,1 g Al(OH)_3 werden gut gemischt und mit 6,6 g KCl versetzt. Das Reaktionsgemisch wird in einen Porzellantiegel überführt und in einem Muffelofen auf 1100 °C erhitzt. Nach Erkalten der Schmelze wird das Produkt zerkleinert und KCl solange mit Wasser ausgelaugt, bis eine Probe auf Cl^- negativ ausfällt. Anschließend wird das Produkt im Trockenschrank getrocknet.

Protokoll: Zu welcher Verbindungsklasse gehört das Produkt und welche Struktur liegt ihr zugrunde? Nennen Sie einige Beispiele für Verbindungen der gleichen Klasse mit jedoch anderer Strukturaufteilung.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P064_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinn, Sn

Chemikalien: 3 g SnO₂
3 g KCN

Geräte: 1 Porzellantiegel
1 Gebläsebrenner

Hinweis: Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln! Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

Arbeitsvorschrift:

3 g SnO₂ und 3 g KCN werden sehr gut gemischt und in einen Porzellantiegel überführt. Der Tiegel wird dann für mindestens 30 min mit einem Gebläsebrenner erhitzt und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur zerschlagen. Der Schmelzkuchen wird solange mit Wasser extrahiert bis Zinn als Regulus zurückbleibt.

Protokoll: Welche Modifikationen des Zinns sind bekannt und was versteht man unter dem Begriff „Zinnpest“? Wie verhält sich elementares Zinn gegenüber schwachen und starken Säuren und Basen? Zeigen Sie dies anhand von Reaktionsgleichungen.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P065_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bispyridiniod(I)-nitrat, $(C_5H_5N)_2INO_3$

Chemikalien: 1,7 g $AgNO_3$
2,5 g Iod
5 ml Pyridin
50 ml Chloroform
Diethylether

Geräte: 1 Porzellantrichter mit Saugflasche

Arbeitsvorschrift:

1,7 g $AgNO_3$ werden in 5 ml Pyridin gelöst und langsam unter Rühren mit einer Lösung von 2,5 g I_2 in 50 ml Chloroform versetzt. Man läßt dann die Mischung für ca. 30 min stehen und filtriert anschließend die Lösung. Das Filtrat wird dann mit 50 ml Diethylether versetzt, die Mischung gut geschüttelt und für weitere 30 min stehen gelassen. Die Kristalle an $(py)_2INO_3$ werden über einen Porzellantrichter abgesaugt, mit Diethylether gewaschen und an der Luft getrocknet.

Protokoll: Geben Sie an, ob diese Verbindung salzartigen oder kovalenten Charakter besitzt. Welche Iodoniumkationen kennen Sie noch und welche Strukturen liegen diesen Verbindungen zugrunde (nach VSEPR-Modell)? Existieren auch entsprechende Anionen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P066_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Antimon, Sb

Chemikalien: 3 g Sb_2O_3
3 g KCN

Geräte: 1 Porzellantiegel
1 Gebläsebrenner

Hinweis: Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln! Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

Arbeitsvorschrift:

3 g Sb_2O_3 und 3 g KCN werden sehr gut gemischt und in einen Porzellantiegel überführt. Der Tiegel wird dann für mindestens 30 min mit einem Brenner erhitzt und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur zerschlagen. Der Schmelzkuchen wird solange mit Wasser extrahiert bis Antimon als Regulus zurückbleibt.

Protokoll: Welche Modifikationen des Antimons sind bekannt? Formulieren Sie zwei Reaktionen, wobei Antimon aufgelöst wird.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P067_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

1,2,3-Supraleiter, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

Chemikalien: 1,0 g Y_2O_3
3,5 g BaCO_3
2,12 g CuO

Geräte: 1 Alscintschiffchen

Arbeitsvorschrift:

Y_2O_3 , BaCO_3 und CuO werden innig gemischt und in ein Alscint Schiffchen überführt. Die Mischung wird bei 900°C über Nacht gebacken. Danach wird die Mischung gemahlen und mit einer Presse in die Form einer Pille gebracht. Anschließend wird diese Pille bei 920° über Nacht gesintert.

Protokoll: Zu welcher Verbindungsklasse gehört das Produkt und welche Struktur liegt ihr zugrunde? Nennen Sie einige Beispiele für Verbindungen der gleichen Klasse mit jedoch anderer Strukturaufteilung.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P068_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kalium-trioxalato-chromat(III)-trihydrat, $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3 H_2O$

Chemikalien: 18 g $H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$
7,5 g $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$
6 g $K_2Cr_2O_7$

Arbeitsvorschrift:

In einem 250 ml Erlenmeyerkolben werden 18 g $H_2C_2O_4 \cdot H_2O$ und 7,5 g $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ in 200 ml Wasser unter leichten Erwärmen gelöst. Anschließend werden 6 g $K_2Cr_2O_7$ in möglichst wenig Wasser gelöst und tropfenweise unter Rühren der anderen Lösung zugefügt. Nachdem sich die Lösung rein grün gefärbt hat, wird diese auf etwa 50 ml eingeengt. Man läßt nun langsam abkühlen, wobei dunkelgrüne Kristalle von $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3 H_2O$ ausfallen, welche abfiltriert werden.

Protokoll: Benennen Sie für Chrom 2 Beispiele für Komplexe mit abgeschlossener Edelgasschale. Ist Ethylendiamin oder das Oxalat-Anion der stärkere Ligand? Wie lassen sich Halogen-Anionen hinsichtlich der Ligandenstärke einordnen? Weist der Komplex Isomerie auf? Besitzt der Komplex eine Spiegelebene, eine 2-zählige oder 3-zählige Drehachse?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P069_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bismut, Bi

Chemikalien: 3 g Bi_2O_3
2 g KCN

Geräte: 1 Porzellantiegel
1 Gebläsebrenner

Hinweis: Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln! Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

Arbeitsvorschrift:

3 g Bi_2O_3 und 2 g KCN werden sehr gut gemischt und in einen Porzellantiegel überführt. Der Tiegel wird dann für mindestens 30 min mit einem Gebläsebrenner erhitzt und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur zerschlagen. Der Schmelzkuchen wird solange mit Wasser extrahiert bis Bismut als Regulus zurückbleibt.

Protokoll: Welche Modifikationen des Bismuts sind bekannt? Wie kann man Bismut auflösen? Welche Oxidationsstufen weist Bismut in seiner Verbindungen auf? Was für eine Verbindung ist BaBiO_3 ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P070_11.doc

Punkte: 11

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Chrom(II)-acetat-dihydrat, $\text{Cr}(\text{ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Stellen Sie 10 g her.

Protokoll: Beschreiben Sie die Wechselwirkung zwischen den Chromatomen in dieser Verbindung mit Hilfe einer MO-Scheme. Nennen Sie zwei weitere Beispiele für solche Bindungen. Wie reagiert die Verbindung mit Stickstoff und Sauerstoff?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P071_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinnober, HgS

Stellen Sie 10 g her.

Protokoll: Beschreiben Sie die Strukturen von den roten und schwarzen Modifikationen von HgS. Wie groß sind die Löslichkeitsprodukten von diesen Polymorphen. Nach welchen Reaktionen kann man Zinnober bei $\text{pH} < 7$ bzw. $\text{pH} > 7$ auflösen. Warum „verschwindet“ Zinnober beim Erhitzen an der Luft?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P072_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Ammonium-tetrathiokuprat(I), $\text{NH}_4(\text{CuS}_4)$

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Wie ist die Verbindung aufgebaut? Welche Orbitalkombinationen benutzt das Cu-Atom, um die Bindungen zu Schwefel zu bilden? Wie reagiert das Salz mit KI_3/NaN_3 -Lösung?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P073_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bor-nitrid, BN

Stellen Sie ca. 10 g her.

Protokoll: Welche Modifikationen von BN sind bekannt, und wie kann man sie man denen von Kohlenstoff vergleichen? Wie ist die Farbe von BN zu verstehen? Wie durfte die Verbindung in alkalischer Lösung hydrolysieren?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P074_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Vanadium(IV)-oxid, VO₂

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Welche Modifikationen von VO₂ sind bekannt, und welche kann Strom leiten? Welche magnetischen Eigenschaften haben diese Modifikationen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P075_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Barium-wolframat, BaWO₄

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Vergleichen Sie die Koordination der W-Atoms in BaWO₄ und WO₃. Testen Sie die Löslichkeit von BaWO₄ in HNO₃ und formulieren Sie Ihre Beobachtung. Und mit Soda?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P076_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Ammoniumhexachloroplumbat(IV), $(\text{NH}_4)_2\text{PbCl}_6$

Stellen Sie ca. 10 g her.

Protokoll: Ist die Verbindung ein Doppelsalz? Wie reagiert sie mit H_2O ? Welche Eigenschaften hat PbCl_4 ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P077_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Zinkdithionit, ZnS_2O_4

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Welche Struktur hat das Dithionit-Anion? Wie reagiert die Verbindung mit Kaliumdichromat bei $\text{pH} < 3$? Sind Lösungen von Zinkdithionit stabil?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P078_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kupfer(I)-chlorid, CuCl

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Welche Struktur hat das Salz? Sind wäßrige Lösungen von dieser Verbindung stabil? Wieso kann man die Verbindung in konz. HCl lösen? Ist die Verbindung paramagnetisch?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P079_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bariumdithionat, $\text{BaS}_2\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Welche Struktur hat das Salz? Sind wäßrige Lösungen von dieser Verbindung stabil? Wie kann man die Säure darstellen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P080_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kupfer(I)-jodid, CuI

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Welche Struktur hat das Salz? Vergleichen Sie die Löslichkeiten von CuI und AgI. Können Sie CuI in konz. HCl lösen?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P081_3.doc

Punkte: 3

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Trocken von Ether

Trocknen Sie Ether mit LiAlH_4 und destillieren das Lösungsmittel unter N_2 . Vernichten Sie den Überschuß von LiAlH_4 mit Methanol.

Protokoll: Wie reagiert LiAlH_4 mit Wasser? Wie stellt man LiAlH_4 her? Wie kann man organische Peroxide nachweisen? Warum sind sie gefährlich?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P082_3.doc

Punkte: 3

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Trocken von Ethanol

Trocknen Sie Ethanol mit CaO und destillieren das Lösungsmittel unter N₂.

Protokoll: Wieso ist es schwierig, Ethanol absolut wasserfrei zu bekommen? Wie reagiert feuchter Ethanol mit Natrium?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P083_3.doc

Punkte: 3

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Trocken von Pyridin

Trocken Sie Pyridin mit NaOH(f) und destillieren das Produkt unter N₂.

Protokoll: Geben Sie etwas Natrium (etwa 0,1 g) mit blanker Oberfläche zu Pyridin vor und nach der destillation. Was beobachten Sie?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P084_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Ammoniumhexachlorostannat(IV), $(\text{NH}_4)_2\text{SnCl}_6$

Stellen Sie ca. 10 g her.

Protokoll: Ist die Verbindung ein Doppelsalz? Wie reagiert sie mit H_2S ? Welche Eigenschaften hat SnCl_4 ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P085_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Natriumthiosulfat pentahydrat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Stellen Sie ca. 15 g her.

Protokoll: Welche Struktur hat das Anion? Nennen Sie eine alternative Methode, um die Verbindung herzustellen. Wie reagiert Thiosulfat mit AgCl , Cl_2 und I_2 ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P086_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Eisen(II),(III)oxid, Fe_3O_4

Arbeitsvorschrift:

5,15 g Eisen(II)-chlorid - Tetrahydrat werden mit 2,75 g Natriumcarbonat im Mörser gut vermischt und anschließend in einem Porzellantiegel mit Deckel für 10 min mit dem Gebläsebrenner zur Rotglut erhitzt.

Nach dem Abkühlen wird die feste Masse aus dem Tiegel gekratzt, gemörsert, mit 70 ml $\text{H}_2\text{O}_{\text{Dest}}$ für 30 min erhitzt und abfiltriert.

Der Rückstand wird im Trockenschrank über Nacht getrocknet.

Protokoll: Formuliere die Reaktionsgleichung! Welche Struktur hat das Magnetit? Vergleichen Sie die magnetischen Eigenschaften von Eisen, Magnetit und Hämatit. Nennen sie drei Verbindungen, die dieselbe Struktur wie das Produkt dieser Reaktion haben!

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P087_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Strontium(II)oxid, SrO

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Welche Struktur hat das Oxid? Vergleichen Sie die thermische Stabilität von MCO_3 mit $\text{M} = \text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba},$ und Blei.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P088_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Barium(II)oxid, BaO

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Welche Struktur hat das Oxid? Vergleichen Sie die thermische Stabilität von MCO_3 mit $\text{M} = \text{Ca}, \text{Sr}$ und Ba . Erläutern Sie den Gang der Gitterenergie von Oxiden dieser Elemente.

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P089_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Blei(II)oxid (rot), PbO

Stellen Sie ca. 5 g her.

Protokoll: Vergleichen Sie die Strukturen von PbO(rot) und PbO(gelb). Wie stellt man PbO₂ her und wie ist es aufgebaut?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P090_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Natriumcarbonat, Na_2CO_3

Stellen Sie ca. 15 g her.

Protokoll: Vergleichen Sie die Herstellung von Soda, Potasche und Kalk.
Vergleichen Sie die thermischen Stabilitäten von Soda, SnCO_3 und Ag_2CO_3 . Wie können Sie diese Unterschiede erklären?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P091_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Natriumdihydrogenorthoperiodat, $\text{Na}_3\text{H}_2\text{IO}_6$

Stellen Sie das Salz aus ca. 4 g NaIO_3 , dem berechneten Menge von NaOH und Cl_2 her.

Protokoll:

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P092_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Hexamminickel(II)-chlorid, $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$

Stellen Sie ca. 4 g her.

Protokoll:

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P093_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Bariumphosphinat, $\text{Ba}(\text{PH}_2\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Stellen Sie ca. 10 g aus weißem Phosphor und $\text{Ba}(\text{OH})_2$ her.

Protokoll:

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P094_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Silber, Ag

Silber-Pulver wird aus 5 g Silberjodid gewonnen. (Soda-Pottasche-Aufschluß)

Protokoll:

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P095_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Kalium-Natrium-pentacyano-nitrokobaltat(III), $K_2Na[Co(NO_2)(CN)_5]$

Hinweis : Cyanide können in Kontakt mit Säuren Blausäure (HCN) entwickeln! Alle Arbeiten sind daher unbedingt unter dem Abzug zu verrichten. Informieren Sie sich über die Giftigkeit und die Entsorgung von cyanidhaltigen Lösungen.

2,0 g $Na_3[Co(NO_2)_6]$ werden in 14 g Wasser gelöst und 30-40 Minuten bei Raumtemperatur stehengelassen, mit Eis gekühlt und zu der Lösung ca. 15 g Eis zugefügt. Zu dieser Mischung wird unter Rühren eine Lösung von 1,5 g NaCN in 8 g Wasser zugegeben. Während der Zugabe darf das Eis nicht komplett schmelzen. Dabei wechselt sofort die Farbe der Mischung von tief-orange nach hell-gelb. Nachdem das Eis geschmolzen ist, wird die Lösung mit 2,0 g KNO_3 umgesetzt und nachdem das ganze KNO_3 gelöst ist, werden zu der Lösung ca. 200-300 mL Ethanol zugefügt. Der gelbe Niederschlag wird abfiltriert, mit Ethanol und Diethylether gewaschen und getrocknet.

Protokoll: Wie können cyanidhaltige Lösungen "ungefährlich" gemacht werden ? Wie viele Valenzelektronen besitzt der dargestellte Komplex und welche Aussage bezüglich seiner Stabilität läßt sich daraus schließen ? Ordnen Sie die Liganden " NO_2 " und " CN " hinsichtlich seiner Stärke ein. Was sind "high-" bzw. "low-spin"-Komplexe ?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P096_9.doc

Punkte: 9

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

2,4,6-Tribromobenzenediazoniumtetrafluoroborat, [2,4,6-C₆H₂Br₃N₂][BF₄]

Chemikalien: - 8.25g 2,4,6-Tribromoanilin
- 50 mL 70% Schwefelsäure
- 1.75 g Natriumnitrit
- 30.00 g Natriumtetrafluoroborat

Arbeitsvorschrift:

8.25 g (25 mmol) 2,4,6-Tribromoanilin werden in 50 mL heißer 70% Schwefelsäure gelöst. Die Lösung wird unter Rühren auf 5°C gekühlt und tropfenweise mit einer Lösung aus 1.75 g (25 mmol) Natriumnitrit in 10 mL Wasser versetzt. Die Reaktionslösung wird für 30 Minuten bei Raumtemperatur stehen gelassen, daraufhin mit 75 g Eis und einer kalten wässrigen konzentrierten Natriumtetrafluoroboratlösung versetzt. Der Niederschlag wird nach 30 Minuten abfiltriert und mit einer wässrigen Natriumtetrafluoroboratlösung, kalten Methanol und kalten Ether gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Protokoll: Wie ist die Strukturformel des 2,4,6-Tribromobenzenediazonium-kation? Wie reagiert Nitrit mit 2,4,6-Tribromoanilin? Was sind die Bestandteile des Lunges Reagenz? Mit welchem Bestandteil des Lunges Reagenz reagiert das Nitrit-Anion?

.....
Testat

.....
Datum

Int. Kennung: Präparate\P097_8.doc

Punkte: 8

Sicherheitshinweise:

Führen Sie grundsätzlich alle Versuche im Abzug durch und informieren Sie sich **vor Versuchsbeginn** über die Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien und evtl. entstehender Reaktionsprodukte; tragen Sie zu diesem Zweck die R- und S-Sätze der Gefahrstoffe in den nachfolgenden Leerraum ein! **Sie dürfen mit dem Versuch nicht beginnen, bevor diese Voraussetzung erfüllt ist!**

Benzenediazoniumtetrafluoroborat, [C₆H₅N₂][BF₄]

Chemikalien: - Anilin (48.50 mmol, 4.43 mL)
- Tetrafluorborsäure (218.25 mmol)
- Natriumnitrit (97.00 mmol, 6.69 g)

Arbeitsvorschrift:

Anilin (48.50 mmol, 4.43 mL) wird in möglichst wenig Wasser gelöst und mit der Tetrafluorborsäure (218.25 mmol) versetzt. Natriumnitrit (97.00 mmol, 6.69 g) wird ebenfalls in möglichst wenig Wasser gelöst und die Lösung wird unter Rühren und unter Eissalzbad-Kühlung zur Anilin/Tetrafluorborsäure-Lösung getropft. Der entstehende Niederschlag wird zweimal mit je 20 mL kaltem Wasser gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Protokoll: Wie ist die Strukturformel des Benzenediazonium-kation? Wie reagiert Nitrit mit Anilin? Was sind die Bestandteile des Lunges Reagenz? Mit welchem Bestandteil des Lunges Reagenz reagiert das Nitrit-Anion?

.....
Testat

.....
Datum