

Herstellung von $TiCl_4$

Can-Carlo Dörtbudak - Clemens Kaiser

23. Mai 2004

1 Theorie der Lewissäuren und -basen

Definition: Eine Lewissäure ist befähigt, ein Elektronenpaar in ein unbesetztes Orbital aufzunehmen und dabei eine kovalente Bindung auszubilden (Elektronenpaarakzeptor). Eine Lewisbase hingegen besitzt ein freies Elektronenpaar, welches eine kovalente Bindung eingehen kann (Elektronenpaar-donator).¹

Diese sehr allgemein gehaltene Theorie ermöglicht es, viele verschiedene Reaktionen, als Säure-/Base Reaktionen einzuteilen. Z.B. $Ni + 4CO \rightarrow Ni(CO)_4$ kann damit als eine solche Reaktion angesehen werden, mit Ni als Lewissäure und CO als Lewisbase. Um das Prinzip besser zu verstehen und erklären zu können, gibt es das HSAB-Prinzip.²

- Die Härte einer Säure nimmt mit abnehmender Größe, kleiner Polarisierbarkeit und zunehmender Ladung zu. Damit ist H^+ eine sehr harte Säure und Ag^+ als Beispiel, eine sehr weiche Säure.
- Die Härte einer Base nimmt mit abnehmendem Ionenradius, schlechterer Polarisierbarkeit und schwererer Oxidierbarkeit zu. So ist z.B. die stärkste Base F^- und eine sehr weiche ist CN^-

Reaktionen zwischen „harten“ Säuren und Basen ist ebenso begünstigt wie Reaktionen zwischen „weichen“ Säuren und basen. Die Kombinationen zwischen „weich“ und „hart“ ergibt nur relativ instabile Komplexe. In der Natur ist dieses Prinzip auch zu erkennen, Calcium liegt meist als Oxid vor, da es sich um eine harte Säure handelt. Kupfer dagegen kommt eher als Sulfid vor (weiche Säure).

¹Riedel, Anorganische Chemie, deGruyter Berlin, 5.Auflage, 2002, S.339

²hard-soft acid-base

2 Reaktion



3 Versuchsdurchführung

Der Schlenkkolben mit Tropftrichter wird unter N_2 Atmosphäre gesetzt und anschließend evakuiert und ausgeheizt. Im Schlenkkolben werden nach Abkühlung 16mL n-Pentan vorgelegt, zusammen mit dem $TiCl_4$. Hierbei muss schnell gearbeitet werden, da $TiCl_4$ an Luft nicht stabil ist. Es erfolgt Hydrolyse mit dem Wasser in der Luft.



Deshalb wird unter Schutzatmosphäre gearbeitet. Im Tropftrichter wird 31mL n-Pentan und 4,3mL Chinolin vorgelegt. Unter Kühlung wird langsam die Lösung zugetropft, wobei ein roter Feststoff entsteht. Dieser Feststoff wird nach beendeter Reaktion im warmen Wasserbad und Vakuum vom Lösemittel befreit. Als Ergebnis erhält man das $TiCl_4 * 2C_9H_7N$.

4 Rechnungen

$$\begin{aligned} M_{TiCl_4} &= 189.7 \text{ g mol}^{-1}, \rho_{TiCl_4} = 1.730 \text{ g mL}^{-1}, V_{TiCl_4} = 2.0 \text{ mL} \\ \Rightarrow n_{TiCl_4} &= \frac{m_{TiCl_4}}{M_{TiCl_4}} = \frac{V_{TiCl_4} * \rho_{TiCl_4}^{-1}}{M_{TiCl_4}} = \frac{3.46 \text{ g}}{189.7 \text{ g mol}^{-1}} = 18 \text{ mmol} \\ M_{C_9H_7N} &= 129.2 \text{ g mol}^{-1}, \rho_{C_9H_7N} = 1.09 \text{ g mL}^{-1} \Rightarrow m_{C_9H_7N} = 4.7 \text{ g} \\ 2n_{C_9H_7N} &= n_{TiCl_4} \Rightarrow n_{C_9H_7N} = 2 * \frac{m_{TiCl_4}}{M_{TiCl_4}} = 36 \text{ mmol} \end{aligned}$$

Für eine 1M $TiCl_4$ Lösung von 2mL Volumen in n-Pentan werden also 16mL n-Pentan benötigt. $n_{TiCl_4} = 18 \text{ mmol} \Rightarrow \frac{18 \text{ mmol}}{18 \text{ mL}} = 1 \text{ mol/L}$ Die gleiche Rechnung für 36mmol Chinolin ergibt demnach 4.3mL Chinolin in 31.7mL n-Pentan.

5 Toxizität

- $TiCl_4$: C, ätzend
- Chinolin: Xn, gesundheitsschädlich

- n-Pentan: F+, Xn, N , leicht brennbar, gesundheitsschädlich, umweltgefährlich

6 Literatur

- Riedel, Anorganische Chemie, deGruyter Berlin, 5.Auflage, 2002, S.339ff. S.774ff.
- Brauer, Handbuch der präparativen anorganischen Chemie, 1. Auflage, 2.Bd, S. 1345f. und S.1045ff.