

# Protokoll zum Versuch Hauptgruppen-Element-Anorganik

Von Xaver Wurzenberger und Thomas Altenburg

27.4.2004

Herzustellende Verbindung:  $\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{ Chinolin}$

## Allgemeines:

Der Begriff Säure bzw. Base leiten sich davon ab, wie die Stoffe schmeckten, als sich vor ca. 150 Jahren die ersten Forscher daran machten, die Natur der Stoffe zu erkunden. Die erste Definition von Säure und Base gaben Arrhenius und Ostwald. Danach gab Brönstedt eine genauere Definition von Säure und Base ab. Er bezeichnete Säuren als Protonendonatoren und Basen als Protonenakzeptoren. Lewis erweiterte diesen Begriff und definierte Säuren als Elektronenakzeptoren (zB  $\text{BF}_3$ ) und Basen als Elektronendonatoren (zB  $\text{NH}_3$ ). Pearson dachte weiter und fügte dieser Theorie die Bezeichnungen „hart“ und „weich“ hinzu. Pearson stellte die These auf, dass harte Säuren/Basen mit harten Basen/Säuren stabilere Komplexe bildet, als harte Säuren/Basen mit weichen Basen/Säuren und umgekehrt. (HSAB-Theorie).

Harte Lewis-Basen sind z.B.  $\text{F}^-$ ,  $\text{AsF}_5$ ,  $\text{OH}^-$

Harte Lewis-Säuren sind z.B.  $\text{H}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ti}^{4+}$

Weiche Lewis-Basen sind z.B.  $\text{I}^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{H}^-$

Weiche Lewis-Säuren sind z.B.  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^+$ ,  $\text{Hg}^{2+}$

Die Härte bzw. Weiche einer Lewis-Säure hängt von der Ladungsdichte und der Polarisierbarkeit ab, sie muss außerdem mindestens eine Elektronenlücke haben, weiterhin darf sie keine freien Elektronen besitzen.

Bei Lewis-Basen kommt es darauf an, dass sie einen Elektronenüberfluss haben, ebenfalls abhängig von der Ladungsdichte und der Polarisierbarkeit, und freie Elektronen sollten bei Lewis-Basen auch noch vorhanden sein.

## Aufbau:

(siehe Skizze)

## Durchführung

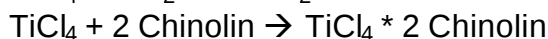
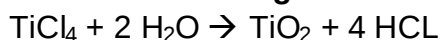
Die Verbindung  $\text{TiCl}_4$  reagiert umgehend mit dem Luftsauerstoff und wird zu  $\text{TiO}_2$  und  $\text{HCl}$ , darum ist bei der Handhabung von  $\text{TiCl}_4$  Vorsicht geboten, man sollte nach dem Einfüllen in die Anlage sofort weiterarbeiten.  $\text{O}^{2-}$  ist eine wesentlich härtere Lewis-Base als  $\text{Cl}^-$ , weshalb das  $\text{Cl}^-$  in  $\text{TiCl}_4$  von  $\text{O}^{2-}$  verdrängt wird.

Zuerst muss jedoch die gesamte Anlage unter Stickstoff (Schutzgas) gesetzt werden, um den Luftsauerstoff aus obigem Grund zu entfernen. Man heizt die gesamte Apparatur, aber hauptsächlich den Tropftrichter und den Schlenk-Kolben mit einem Heißluftfön aus, um eventuell vorhandene Luftfeuchtigkeit zu vertreiben. Dazu zieht man zuerst Vakuum, um dann mit Stickstoff zu fluten. Dann wieder Vakuum ziehen und wieder mit Stickstoff fluten. Nach dem dritten Mal fluten kann man die vorher berechneten Mengen Pentan in den Schlenk-Kolben und in den Tropftrichter pipettieren. Dazu die Pipette erst mit der Atmosphäre über dem Pentan aufziehen und ausserhalb des Kolbens wieder ablassen. Das Ganze dreimal, dann sollte die Pipette ebenfalls mit Stickstoff geflutet sein. Man pipettiert 9ml Pentan in den Schlenk-Kolben und 18ml Pentan in den Tropftrichter.

Das  $\text{TiCl}_4$  (1ml) wird in den Schlenk-Kolben pipettiert. Das Chinolin (2,13ml) wird in den Tropftrichter mit Druckausgleich vorgelegt. Dann wird nochmals Vakuum gezogen und mit Stickstoff geflutet. Die Chinolin-Pentan-Lösung wird über eine halbe Stunde unter Rühren zugetropft. Es bildet sich ein blutroter Niederschlag.

Ist alles zugetropft, wird das Pentan per Vakuum entfernt und in einer mit flüssigem Stickstoff gekühlten Kühlfalle ausgefroren. Das relative stabile Produkt bleibt zurück, das blutrot und bröselig ist.

## Weitere Gleichungen:



## Berechnung der eingesetzten Mengen:

Vorgabe: - 1ml  $\text{TiCl}_4$

- 1m Lösungen von  $\text{TiCl}_4$  in n-Pentan und Chinolin in n-Pentan

Literaturwerte:  $M(\text{TiCl}_4) = 189,68 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

$M(\text{Chinolin}) = 129,16 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

$\rho(\text{TiCl}_4) = 1,73 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$

$\rho(\text{Chinolin}) = 1,09 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$

$\rho = m / V \rightarrow 1 \text{ ml } \text{TiCl}_4 \text{ entsprechen } 1,73 \text{ g}$

$n = m / M \rightarrow n(\text{TiCl}_4) = 0,009 \text{ mol} = 9 \text{ mmol}$

Stöchiometrisches Verhältnis: 1 Teil  $\text{TiCl}_4$  und 2 Teile Chinolin ergeben 1 Teil

$\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{Chinolin}$ :

$n(\text{Chinolin}) = 2 \cdot n(\text{TiCl}_4) = 18 \text{ mmol} \rightarrow m(\text{Chinolin}) = 2,32 \text{ g} \rightarrow V(\text{Chinolin}) = 2,13 \text{ ml}$

Es werden 1molare Lösungen hergestellt.

- Für  $\text{TiCl}_4$ : (Dreisatz)  
 $0,009 \text{ mol} / (x \text{ Liter}) = 1 \text{ Mol} / (1 \text{ Liter})$   
 $\rightarrow 9 \text{ ml Pentan zu } 1 \text{ ml } \text{TiCl}_4$
- Für Chinolin: (Dreisatz)  
 $0,018 \text{ mol} / (x \text{ Liter}) = 1 \text{ Mol} / (1 \text{ Liter})$   
 $\rightarrow 18 \text{ ml Pentan zu } 2,13 \text{ ml Chinolin}$

## Ausbeute

Theoretische Ausbeute:  $9\text{mmol} \rightarrow M(\text{TiCl}_4 * 2 \text{ Chinolin}) = 448 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \rightarrow m = 4,032\text{g}$

Praktische Ausbeute:  $2,86\text{g} \rightarrow n = 6,39\text{mmol} \rightarrow 71\% \text{ Ausbeute.}$

Abweichungen können durch unsauberes Arbeiten auftreten, bei diesem Versuch ist es besonders wichtig, unter Schutzgas zu arbeiten, weil  $\text{TiCl}_4$  sofort mit Luftsauerstoff reagiert (s.o.). Dadurch treten auch die meisten Verluste auf.

## Toxikologie:

- |                   |                      |                      |
|-------------------|----------------------|----------------------|
| • $\text{TiCl}_4$ | ätzend, giftig       | R 14, 34<br>S 36/37  |
| • Chinolin        | gesundheitsschädlich | R 20/21/22<br>S 2/28 |
| • N-Pentan        | leicht entzündlich   | R 11<br>S 9,16,29,33 |

## Literatur:

- Hollemann-Wieberg, Lehrbuch der anorg. Chemie, 101. Auflage, deGruyter 1995 Berlin
- Brauer: Handbuch der präp. anorg. Chemie, Band 2, 3. Auflage
- Riedel: Anorg. Chemie, 3. Auflage, 1994, deGruyter Berlin
- Zeitschrift für anorg. und allg. Chemie, Band 221, 1935