

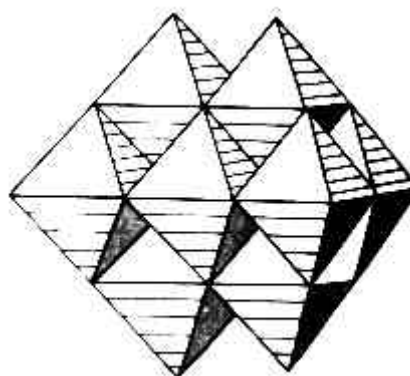
Versuchsprotokoll – Iso- und Heteropolysäuren

Präparat: $(\text{NH}_4)_6(\text{Co}_2\text{Mo}_{10}\text{O}_{36}) \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ – Ammonium-10-molybdodikobaltat(III)

Name: Ondrej Burkacky

Theorie

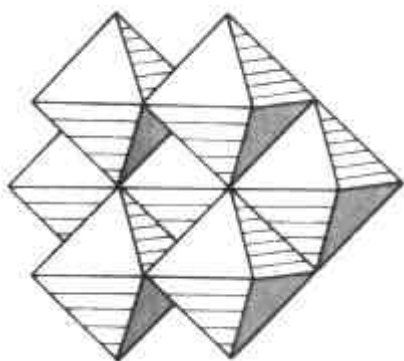
Zu den Elementen, die zur Polykondensation neigen zählt man vor allem Molybdän, Wolfram, Chrom, Vanadium, Niob, Tantal, Silicium, Phosphor, Schwefel und Chlor. Hierbei neigen besonders Vanadium, Molybdän und Wolfram zur ausgeprägten Polykondensation. So sind zum Beispiel von Molybdän Verbindungen der Zusammensetzung $[\text{Mo}_{36}\text{O}_{112}(\text{H}_2\text{O})_6]^{8-}$ bekannt. Ähnlicher Verbindungen sind bei Wolfram anzutreffen. Das bekannteste Polyvanadat ist das Decavanadat $[\text{V}_{10}\text{O}_{28}]^{6-}$, dessen Struktur aus kantenverknüpften Oktaedern besteht (siehe nebenstehende Abbildung).



Unter Heteropolysäuren versteht man polykondensierte Verbindungen, bei denen zusätzlich andere Atome E in die Struktur eingebaut werden. Somit ergibt sich die allgemeine Zusammensetzung $[\text{E}_a\text{M}_b\text{O}_c]^{d-}$. Als Beispiel könnte man die Reaktion von Molybdät in stark salpetersaurer Lösung anführen, bei der sich ein gelber Niederschlag der Zusammensetzung $(\text{NH}_4)_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}]$ bildet, der sich von der Heteropolysäure $\text{H}_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}]$ ableitet.

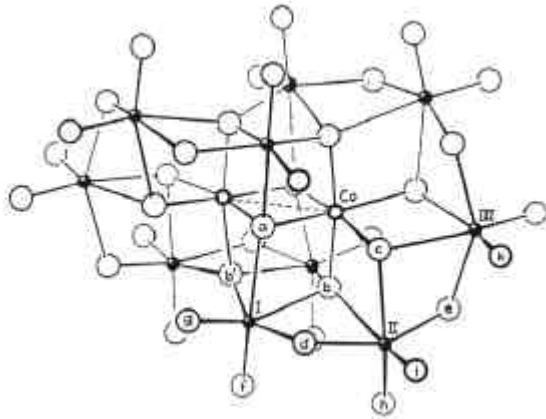
Analog hierzu entsteht aus $(\text{NH}_4)_6[\text{Mo}_7\text{O}_{24}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ und $\text{Co}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ die Heteropolysäure $(\text{NH}_4)_6(\text{Co}_2\text{Mo}_{10}\text{O}_{36}) \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$.

Die Struktur des Ausgangsmolybdats $[\text{Mo}_7\text{O}_{24}]^{6-}$ leitet sich von der Decavanadatstruktur ab und ist in der nachfolgenden Abbildung dargestellt.



Die genaue Struktur des Produktes wurde zuerst von Evans und Showell 1969 beschrieben. Sie haben festgestellt, daß gemäß der Kristallstrukturanalyse die richtige Formel $(\text{NH}_4)_6(\text{H}_4\text{Co}_2\text{Mo}_{10}\text{O}_{38}) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ lauten sollte.

Die Struktur ist in der folgenden Abbildung dargestellt.



Durchführung

Zunächst werden 7,5g festes $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ in 22,5 ml Wasser gelöst. Zu dieser Lösung werden 1,55g $\text{Co}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$, die zuvor in 40 ml Wasser gelöst wurden, zugegeben. Die entstandene rote Lösung wird mit 3 g gekörnter Aktivkohle und 10 ml 18%igen H_2O_2 versetzt, zum Sieden erhitzt und dann bis zur Beendigung der Sauerstoffentwicklung weitergekocht. Es entsteht eine dunkelgrüne Lösung, die noch heiß von der Aktivkohle abfiltriert wird. Hierauf wird die Lösung abgekühlt und einige Stunden im Kühlschrank stehen gelassen. Es scheiden sich dunkelgrüne Kristalle ab, die abfiltriert und an der Luft getrocknet werden.

Ausbeute

Das stöchiometrische Verhältnis zwischen dem Produkt und Edukt bezüglich Cobalt beträgt 1:2. Es werden 1,55g $\text{Co}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ eingesetzt, also bei $M(\text{Co}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}) = 248,933 \text{ g mol}^{-1}$ 0,0062 mol. Das Gewicht des Produktes beträgt 1438 g mol^{-1} also 8,95 mol; dividiert durch zwei: 4,47 g.

Praktisch konnte 1g an Produkt gewonnen werden, also beträgt die Ausbeute 22,4%.

Toxikologie

$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$

unbedenklich

$\text{Co}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$

gesundheitsschädlich, sensibilisierend

Giftklasse 2 - sehr starke Gifte

R 22-40-42/43

S 22-36/37

Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Irreversibler Schaden möglich.

Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich.

H_2O_2

Verursacht Verätzungen

Giftklasse 3 - starke Gifte

R 34

S 3-26-36/37/39-45

Literatur

Holleman-Wiberg, Lehrbuch der anorganischen Chemie, DeGruyter Verlag, 101 Auflage, Berlin; New York 1995, Seite 1466ff

Merck Katalog auf CD-Rom V 1.1.1, Herausgeber Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Ausgabe 1/1999

H. T. Evans, Jr., und J.S. Showell, J. Amer. Chem. Soc., 91, 6881 (1969)

T. Ama, J. Hdaka und Y. Shimura, Bull Chem. Soc. Japan 43, 2654 (1970)

G. Brauer, Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, Band 3, Seite 1791f