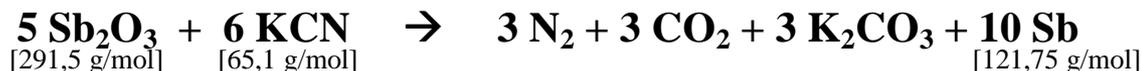


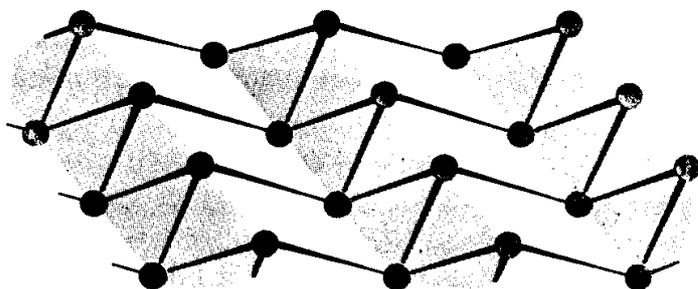
Protokoll

- Darstellung von Sb -

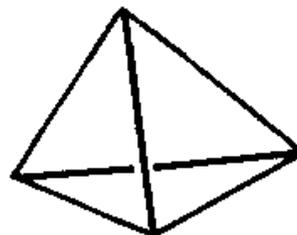


Theorie:

Es gibt drei Modifikationen des Antimon, von denen die graue Modifikation, die dem grauen Arsen isotyp ist, die stabilste ist. Deren Kristalle sind silberweiss, glänzend und spröde. Es bildet sich ein Schichtgitter aus verknüpften Sechsringen aus.



(a) Schichtgitter des grauen Sb



(b) gelbes Sb

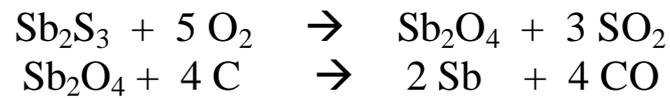
Die schwarze Modifikation ist dem roten Phosphor analog, besteht also aus einem unregelmässigen, dreidimensionalen Netzwerk. Sie entsteht bei der Kondensation von Sb-Dampf und ist schon über 0°C instabil, sie wandelt sich in graues Antimon um.

Die gelbe Modifikation entspricht der des weissen Phosphors und ist aufgrund der sehr hohen Bindungsspannung noch instabiler.

Als technische Verfahren gibt es zwei bedeutende Möglichkeiten Sb darzustellen. Man geht dabei vom Grauspiessglanz aus, dem Sb_2S_3 . Beim *Niederschlagsverfahren* wird das Sulfid mit Fe verschmolzen:



Beim *Röstreduktionsverfahren* setzt man zunächst das Sulfid mit Sauerstoff um, das entstehende Oxid wird dann mit Kohlenstoff zum Antimon reduziert:



Man verwendet Antimon zum Herstellen von harten Legierungen, zum Beispiel als Beimengung in Sn oder Pb.

Pb/Sb-Legierungen werden als Letternmetalle zum Buchdruck benutzt.

Experimenteller Teil:

Ansatz:

Antimon(III)-Oxid,	Sb ₂ O ₃	6,00 g	2,06 mmol (1,00)
Kaliumcyanid,	KCN	1,61 g	2,47 mmol (1,20)
Calciumchlorid,	CaCl ₂	~8 g	
Natriumchlorid,	NaCl	~4 g	

Durchführung:

6g Sb₂O₃ und 1,61g KCN werden in einem Mörser gut vermengt und in einen Tiegel gefüllt. Über das weisse Pulver häuft man eine ca. 1-2cm dicke Schicht Schutzschmelze, bestehend aus 1 Massenanteil NaCl und 2 Teilen CaCl₂.

Auf einem Dreifuss mit Keramikdreieck erhitzt man zunächst mit einem Bunsenbrenner, es kommt analog der Reaktionsgleichung zu einer Gasentwicklung. Die Schmelze erhitzt man nun ca. 1h lang und glüht dann nochmals mit einem Gebläsebrenner für weitere 10 min nach.

Nach Abkühlen des Tiegels kocht man ihn im leicht Basischen solange aus, bis die gesamte Schutzschmelze verschwunden ist und nur der silbergraue Regulus verbleibt.

Nach Herauslösen desselben kocht man ihn nochmals in Wasser, trocknet und wiegt.

Es liessen sich , g metallisches Antimon darstellen.

Laborsicherheit I:

Während des gesamten Versuches ist darauf zu achten, dass nirgendwo ein saure Umgebung entsteht, da sich sonst gemäss



Blausäure entsteht, die aufgrund Ausbildung sehr stabiler Komplexe mit nahezu jedem Schwermetall, insbesondere dem für den menschlichen Organismus sehr wichtigen Eisen, sehr gefährlich ist.

Alle zum Auskochen verwandten Lösungen müssen vereint und zur Entfernung des Überschusses an KCN weiter behandelt werden:

Man macht alkalisch und oxidiert mit H_2O_2 :



Das Cyanat kann nun entsorgt werden.

Ausbeute:

$$\begin{aligned} n_{\text{theor}} &= 6\text{g} * 2 / 291,5\text{g/mol} \\ &= 13,72\text{mmol} \quad (1,67\text{g}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} n_{\text{prakt}} &= \quad , \quad \text{g} / 121,75\text{g/mol} \\ &= \quad , \quad \text{mmol} \end{aligned}$$

$$W_{\text{prakt}} = n_{\text{prakt}} * 100\% / n_{\text{theor}}$$

$$\underline{W_{\text{prakt}}} = \underline{\quad , \quad \%}$$

Literatur:

G. Brauer

Handbuch der präparativen, anorganischen Chemie
Bd. 1, S.584/585

Riedel

Anorganische Chemie
S.431/2, S.467/8

Laborsicherheit II:

Antimon(III)-Oxid, Sb_2O_3 :

- R 40 Irreversibler Schaden möglich.
- S 22 Staub nicht einatmen.
- S 36/37 Bei der Arbeit geeignete Schutzhandschuhe und Schutzkleidung tragen.

Kaliumcyanid, KCN:

- R 26/27/28 Sehr giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut.
- R 32 Entwickelt bei Berührung mit Säure sehr giftige Gase.
- S 28 Bei Berührung mit der Haut sofort abwaschen mit viel Wasser
- S 29 Nicht in die Kanalisation gelangen lassen.
- S 45 Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt zuziehen (wenn möglich Etikett vorzeigen).