

Protokoll

- Darstellung von SbI_3 -

Theorie:

Zur Herstellung von SbI_3 kann man zwei verschiedene Methoden verwenden:

(a) Herstellung aus den Elementen:



(b) Herstellung aus Antimonchlorid und Bortriiodid:



Antimonodid bildet rubinrote Tafeln aus, die bei 171°C schmelzen und bei 400°C siedend.

Die Antimontriiodidstruktur setzt sich aus kantenverknüpften SbI_6 -Oktaedern zusammen, die eine Schichtstruktur des $BiCl_3$ -Typs ausbilden. Diese lässt sich auch beschreiben als eine hexagonal dichteste Kugelpackung von Bi-Atomen, bei der in jeder zweiten Schicht $\frac{2}{3}$ aller Oktaederlücken mit Iod-Atomen besetzt sind.

Das freie Elektronenpaar am Bismut hat stereochemisch keinerlei Bedeutung in der Struktur, sie ist nicht verzerrt, setzt sich also aus regelmässigen Oktaedern zusammen:

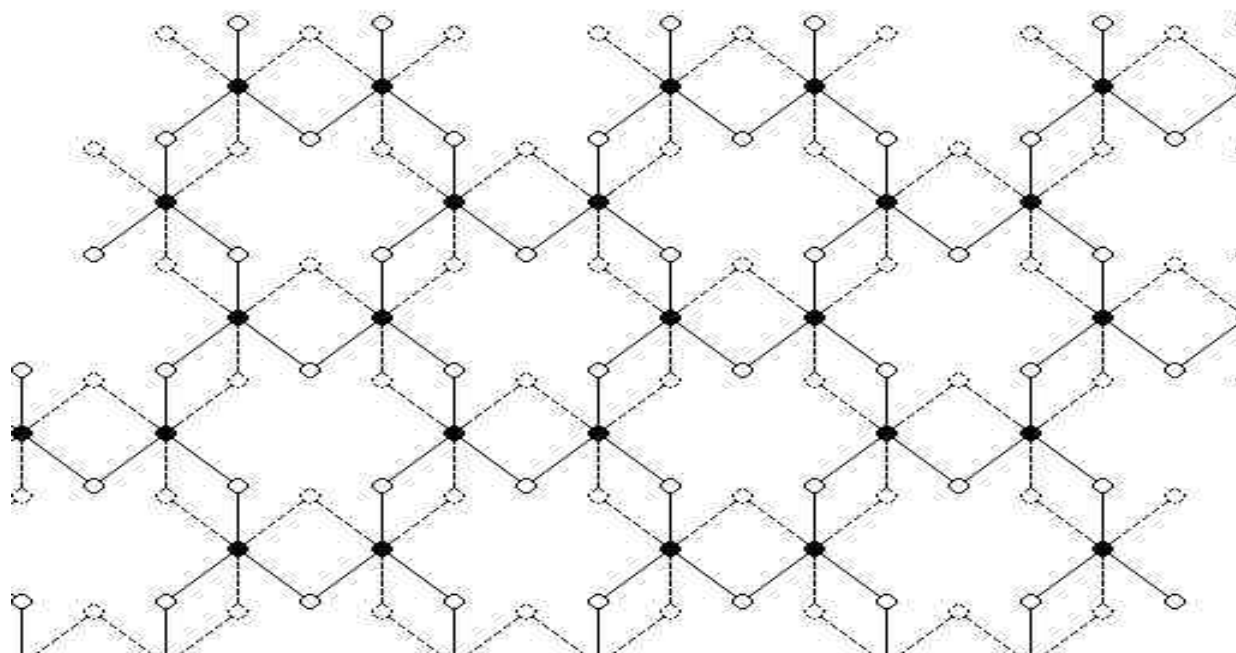
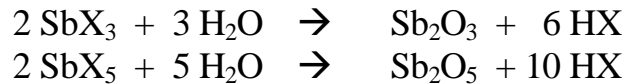


Abb.: Schichtstruktur von BiI₃

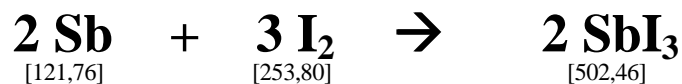
Allgemein unterscheidet man zwischen zwei Formen der Antimonhalogenide, die des Typs SbX₃ und die des Typs SbX₅. Die Halogenide sind allesamt hydrolyseempfindlich:



In Form des Oxides kommt das Antimon auch in der Natur vor, als Weisspiessglanz, Sb₂O₃ (Antimonblüte). Ein anderes Vorkommen wäre etwa der Grauspiessglanz, Sb₂S₃ (Antimonglanz).

Aufgrund seiner Stellung im PSE kann das Antimon, welches sowohl Metall- als auch Nichtmetallcharakter in sich vereint, aber auch als Antimonid vorliegen, so im Fall des Breithauptits (NiSb).

Für die Darstellung in unserem Fall wird die Methode (a) gewählt.



Aufgrund der Hydrolyseempfindlichkeit des Halogenids wird unter Stickstoffatmosphäre und mit getrockneten Lösungsmitteln gearbeitet. Die leichte Sublimierbarkeit des Iods wird sich zur Erkennung des Endpunktes der Reaktion zunutze gemacht: verschwindet die violette Farbe aus der Gasphase, so gilt die Reaktion als beendet. Um sicherzustellen, dass alles Iod abreagiert arbeitet man mit einem Überschuss an Iod (~ 110%).

Ansatz:

Antimon	, Sb	:	1,70g	14,0mmol
Iod	, I ₂	:	4,83g	38,1mmol
Toluol	, C ₇ H ₈	:	~ 75mL	

Versuchsdurchführung:

In der zuvor im Stickstoffstrom ausgeheizten Apparatur werden ca. 50 mL getrocknetes Toluol vorgelegt, dann nacheinander Antimon und Iod zugegeben, der verwendete Trichter wird mit weiteren 25mL Toluol nachgespült. Der Ansatz wird zum Sieden erhitzt bis die violette Farbe aus der Gasphase verschwindet.

Noch heiss wird die Suspension durch eine Schlenkfritte filtriert. Aus dem Filtrat fallen beim Abkühlen rote Kristalle aus. Es wird auf 0°C abgekühlt, die Kristalle in einer Schlenkfritte abfiltriert und im N₂-Strom getrocknet. Man bekommt 4,29g roter Kristalle.

Ausbeute:

$$n_{\text{theor}} = (4,83\text{g} / 253,80 \frac{\text{g}}{\text{mol}}) * \frac{2}{3}$$

$$= 12,69 \text{ mmol}$$

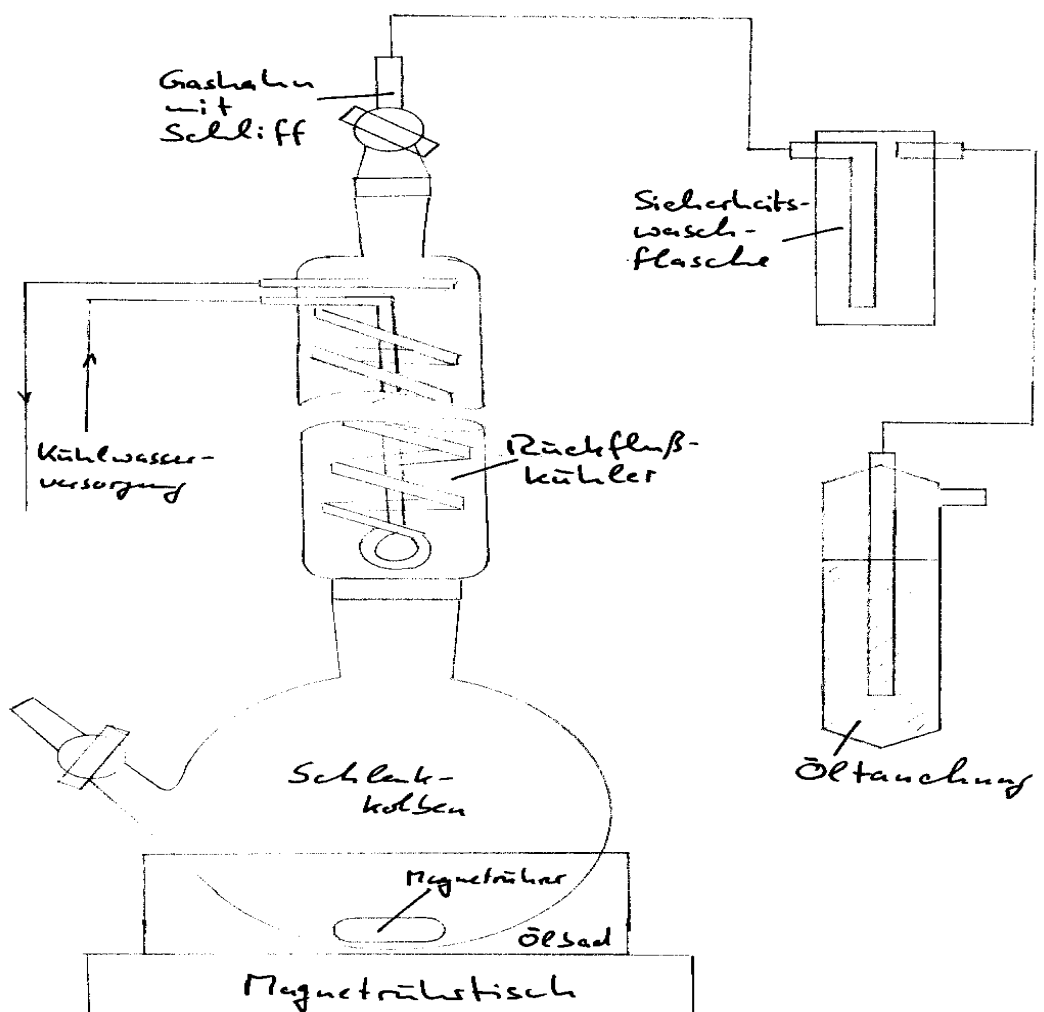
$$n_{\text{pr}} = 4,29\text{g} / 502,46 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$= 8,54 \text{ mmol}$$

$$w_{\text{pr}} = 8,54 \text{ mmol} * 100\% / 12,69 \text{ mmol}$$

$$w_{\text{pr}} = 67,28 \%$$

Apparatur:



Laborsicherheit:

Antimon, Sb:

S 22 Staub nicht einatmen.

Iod, I₂:

R 20/21 Gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührung mit der Haut.

S 23 Dampf nicht einatmen.

S 25 Berührung mit den Augen vermeiden.

Toluol, C₇H₈:

R 11 Leichtentzündlich.

R 20 Gesundheitsschädlich beim Einatmen.

S 16 Von Zündquellen fernhalten - Nicht rauchen.

S 25 Berührung mit den Augen vermeiden.

S 29 Nicht in die Kanalisation gelangen lassen.

S 33 Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen.