

Versuchsprotokoll - Lewis-Säure-Base

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

Name: Burkacky, Weber

Theorie

Im Jahr 1887 wurden zum erstenmal die Begriffe Säure und Base als sauer schmeckende Stoffe bzw. als seifig schmeckende Stoffe von Arrhenius und Ostwald definiert. Eine genauere Definition lieferte *Brönsted*, der Protonendonatoren als Säuren und Protonenakzeptoren als Basen bezeichnete.

1923 wurde der Brönsted Säure-Base Begriff von *G. N. Lewis* erweitert. Dieser definierte Säuren als Stoffe, die Elektronenpaare aufnehmen können, und Basen als Stoffe, die Elektronenpaare zur Verfügung stellen können.

1963 wurde vom Amerikaner *Pearson* ein Prinzip entwickelt, mit dem die Stärke solcher Lewis-Säuren bzw. Basen vorhergesagt und die Stabilität der gebildeten Komplexe erklärt werden konnte. Dieses Prinzip beruht auf die Unterscheidung zwischen harten und weichen Säuren bzw. Basen und der Feststellung, daß harte Säuren mit harten Basen bzw. weiche Säuren mit weichen Basen stabile Komplexe bilden, hingegen weiche Säuren mit harten Basen bzw. harte Säuren mit weichen Basen eher instabile Komplexe bilden.

Für die Unterscheidung, ob es sich nun um eine harte oder weiche Säure handelt, ist vor allem die Polarisierbarkeit ausschlaggebend. Je leichter ein Teilchen polarisierbar ist, desto weicher ist die Säure. Andererseits steigt die Härte einer Säure mit zunehmender Ladung, kleinerem Radius und weniger freien Valenzelektronen.

Beispiele für harte Lewis-Säuren: H^+ , Li^+ , Sc^{3+} , Ti^{4+}

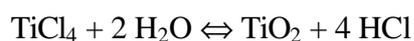
Beispiele für weiche Lewis-Säuren: Ni^{2+} , Cu^+ , Hg^{2+}

Die Einteilung in harte/weiche Basen erfolgt nach analogen Kriterien.

Beispiele: härter $\text{F} > \text{O} \gg \text{N} \sim \text{Cl} > \text{Br} > \text{I} > \text{S} > \text{Se} > \text{Te} > \text{P} > \text{As} > \text{Sb}$ weicher

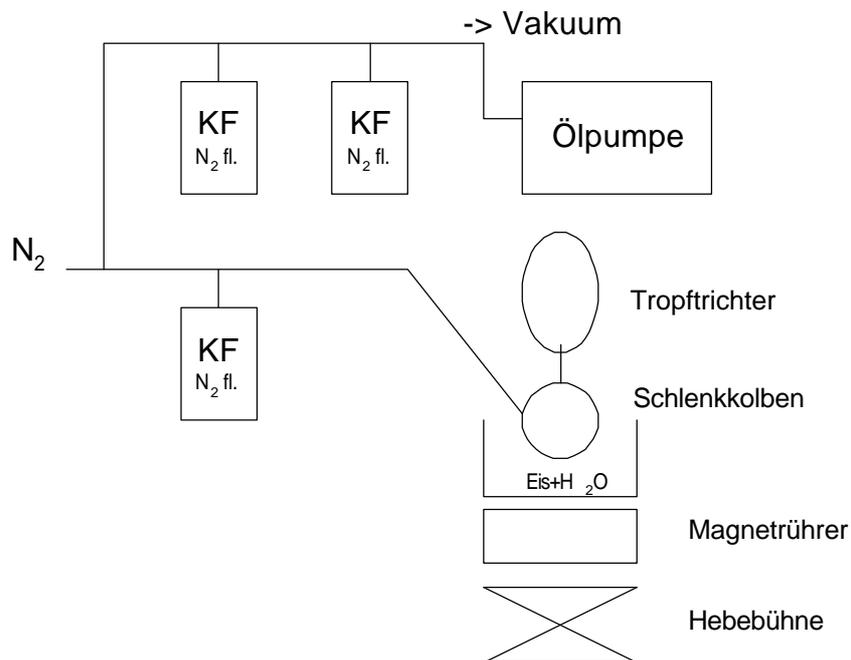
Herstellung von $\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{Chinolin}$

Gemäß der obigen Kriterien handelt es sich bei Ti^{4+} um eine harte Lewis-Säure und da Cl^- eine relativ harte Lewis Base ist, sollte der komplex TiCl_4 stabil sein. Allerdings bildet Ti^{4+} mit O^{2-} einen wesentlich stabileren Komplex: TiO_2 . Dieser bewirkt, daß der Komplex TiCl_4 hydrolyseempfindlich ist.



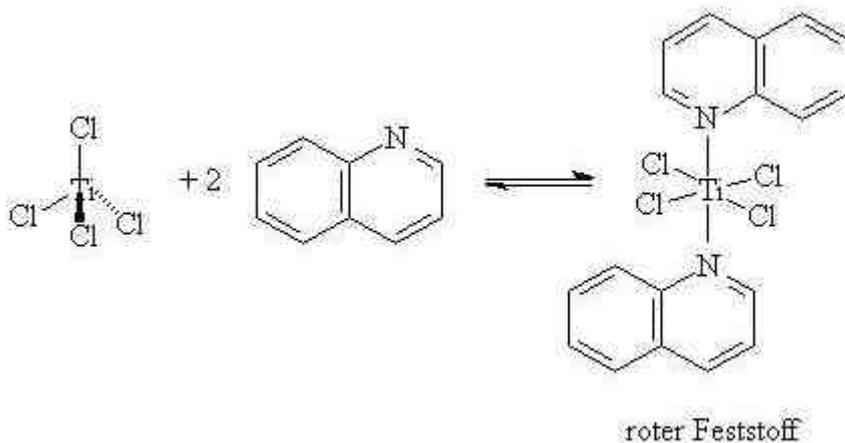
Deshalb muß während der gesamten Durchführung jeglicher Kontakt der Reaktionspartner mit O_2 oder H_2O vermieden werden. Um dieses zu erreichen wird die gesamte Apparatur vor der Durchführung mit einem Fön ausgeheizt und es wird unter einer N_2 Atmosphäre gearbeitet. Des weiteren wird das benötigte Chinolin und n-Pentan mindestens einen Tag lang mit KOH Plätzchen getrocknet.

Aufbau



Vorgangsweise

Zuerst wird die gesamte Apparatur ausgeheizt und nach dem Abkühlen unter Stickstoffatmosphäre gesetzt. Danach werden 16 ml n-Pentan in den Tropftrichter pipettiert und durch den Hahn in den Schlenkkolben abgelassen. Der Hahn wird wieder zugemacht und weitere 31,7 ml n-Pentan in den Tropftrichter pipettiert. Daraufhin werden 4,3 ml Chinolin in den Tropftrichter und 2 ml TiCl₄ unter erhöhter Vorsicht in den Schlenkkolben pipettiert. Nun wird das Chinolin langsam zugetropft. Folgende Reaktion sollte dann ablaufen:



Nachdem die Reaktion beendet ist, wird das n-Pentan im Hochvakuum entfernt (abgezogen). Dieses wird dann in den mit fl. N₂ gekühlten Kühlfallen ausgefroren. Das relativ stabile Präparat wird in ein Präparateglas umgefüllt.

Notwendige Berechnungen

Vorgabe: 2ml TiCl_4 , 1 molare Lösung von Chinolin und TiCl_4 in n-Pentan

Literaturwerte (aus Merck-Chemiedatenbank):

$$M(\text{TiCl}_4)=189,68 \text{ g mol}^{-1} \quad \rho=1,73 \text{ g cm}^{-3}$$

$$M(\text{Chinolin})=129,16 \text{ g mol}^{-1} \quad \rho=1,09 \text{ g cm}^{-3}$$

$$\rho=m V^{-1} \rightarrow 2\text{ml TiCl}_4 \equiv 3,46 \text{ g}$$

$$n=m M^{-1} \rightarrow n(\text{TiCl}_4)=0,018 \text{ mol}$$

stöchiometrisches Verhältnis TiCl_4 : Chinolin = 1:2

$$\rightarrow n(\text{Chinolin})=0,036 \text{ mol} \equiv 4,71 \text{ g} \rightarrow V(\text{Chinolin})=m \rho^{-1}=4,32 \text{ ml}$$

es werden jeweils 1 molare Lösungen benötigt:

TiCl_4 :

$$0,018 \text{ mol} \cdot x^{-1} \text{ Liter}^{-1} = 1 \text{ mol l}^{-1} \text{ Liter}^{-1} \rightarrow x= 18\text{ml}$$

$$2\text{ml TiCl}_4 + 16\text{ml n-Pentan} = 18 \text{ ml}$$

Chinolin:

$$0,036 \text{ mol} \cdot x^{-1} \text{ Liter}^{-1} = 1 \text{ mol l}^{-1} \text{ Liter}^{-1} \rightarrow x= 36\text{ml}$$

$$4,32\text{ml Chinolin} + 31,68\text{ml n-Pentan} = 36 \text{ ml}$$

Ausbeute

Theoretisch: 0,018 mol

Experimentell: Präparateglas voll: 15,3 g

Präparateglas leer: 21,9 g

$\rightarrow 6,6 \text{ g TiCl}_4 \cdot 2 \text{ Chinolin}$

$$M(\text{TiCl}_4 \cdot 2 \text{ Chinolin})=448 \rightarrow 6,6\text{g} \equiv 0,014 \text{ mol}$$

\rightarrow Ausbeute: 78%

Toxikologie

TiCl_4 : ätzend, giftig

R 14,34, 36737

Chinolin: gesundheitschädlich

R 20/21/22

S 2/28

n-Pentan: leichtentzündlich

R 11

S 9,16,29,33

Literatur

Holleman-Wiberg: Lehrbuch der anorganischen Chemie, S 232ff

Brauer: Handbuch der präparativen anorganischen Chemie Bd II, S 1345

Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie, 1934, Bd 221, S 83ff

Merck Chemiedatenbank auf CD-Rom