

Versuchsprotokoll V 8.1

2. Präparat: Darstellung eines Oxides, Sulfides oder einer verwandten Verbindung

Aufgabe:

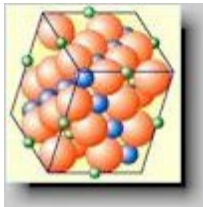
Darstellung von ca. 3g Thenards Blau, CoAl_2O_4

Geschichte:

- 1. Synthese im Jahre 1802

Struktur [1, 2, 3]:

- alle Spinelle leiten sich vom farblosen, in der Natur vorkommenden **Spinell MgAl_2O_4** ab
- allgemeine Zusammensetzung der Spinelle: AB_2X_4
- dichteste Kugelpackung von zweifach neg. geladenen X-Ionen mit Tetraederlücken und Oktaederlücken
- normale Spinelle: A-Ionen besetzen 1/8 der Tetraederlücken
B-Ionen besetzen 1/2 der Oktaederlücken
- inverse Spinelle: B-Ionen besetzen 1/8 der Tetraederlücken
A,B-Ionen besetzen 1/2 der Oktaederlücken



rot: Sauerstoff
blau: Aluminium
grün: Cobalt

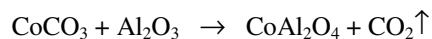
Eigenschaften [1, 2]:

- dunkelblaue, harte, oktaedrische Kristalle
- chemisch sehr widerstandsfähige Substanz
- wird von Cl_2 , Mineralsäuren, Alkalilaugen nicht angegriffen
- Zersetzung nur durch Schmelzen mit KHSO_4 und Erhitzen mit H_2SO_4 im Bombenrohr
- Dichte: $4,37 \text{ g/cm}^3$
- Schmelzpunkt: $1700^\circ\text{C} - 1800^\circ\text{C}$
- Farbträger: Co(II) in tetraedrischer Koordination

Verwendung [1]:

- wichtige keramische Farbkörper, da sehr temperaturstabil, bis ca. 1500°C
- als Pigment in Malkästen (Coelinblau)
- für Druck von Banknoten

Versuchsdurchführung [3]:



Zu einer stöchiometrischen Mischung aus CoCO_3 und Al_2O_3 setzt man die 1,5-fache Gewichtsmenge KCl als Flussmittel zu und erhitzt im Pyrolan-Tiegel auf ca. 1100°C . Die erkaltete Schmelze wird zerkleinert und mit Wasser ausgekocht, bis die Reaktion auf Cl^- negativ ausfällt, und im Trockenschrank getrocknet.

Ansatzberechnung:

Ausgehend von 3g zu erhaltendes Produkt

$$M_{\text{CoCO}_3} = 118,937 \text{ g/mol}$$

$$M_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 101,957 \text{ g/mol}$$

$$M_{\text{CoAl}_2\text{O}_4} = 176,886 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} m(\text{CoCO}_3) &= (3\text{g} * M(\text{CoCO}_3)) / (M(\text{CoAl}_2\text{O}_4)) \\ &= 2,02\text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} m(\text{Al}_2\text{O}_3) &= (3\text{g} * M(\text{Al}_2\text{O}_3)) / (M(\text{CoAl}_2\text{O}_4)) \\ &= 1,73\text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} m(\text{KCl}) &= (m(\text{CoCO}_3) + m(\text{Al}_2\text{O}_3)) * 1,5 \\ &= 5,63\text{g} \end{aligned}$$

benötigt werden also 2,02g CoCO₃; 1,73g Al₂O₃; 4,5g KCl

Gefahrenhinweise [4]:

Al₂O₃ : S-Sätze: 22 staub nicht einatmen

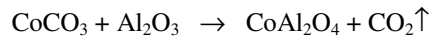
Lithaturangaben:

- [1] www.2k-software.de
- [2] www.ruby.chemie.uni-freiburg.de
- [3] Jander/ Blasius: Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie
15. Auflage
S. Hirzel Verlag Stuttgart/ Leipzig
- [4] Merck Chemiedatenbank
2002'1 Deutschland

Abtestat 2. Präparat:

Darstellung von Thenards Blau:

Versuchsdurchführung [3]:



Zu einer stöchiometrischen Mischung aus CoCO_3 und Al_2O_3 setzt man die 1,5-fache Gewichtsmenge KCl als Flussmittel zu und erhitzt im Pyrolan-Tiegel auf ca. 1100°C . Die erkaltete Schmelze wird zerkleinert und mit Wasser ausgekocht, bis die Reaktion auf Cl^- negativ ausfällt, und im Trockenschrank getrocknet.

Beobachtung:

CoCO_3 grau-violettes Pulver
 Al_2O_3 weißes Pulver
 KCl farblose Kleinkristalle

Nach dem Durchmischen und Mörsern der richtigen Mengen der Substanzen entsteht eine grau- violette Farbe der Mischung.

Nach dem 6 stündigen Schmelzen im Ofen und anschließender Abkühlphase hat der Schmelzkuchen eine stark dunkelblaue Farbe angenommen.

Nach anschließendem erneuten Mörsern wird das dunkelblaue Pulver mit Wasser Cl^- - frei gekocht.

Nach dem Filtrieren wird im Trockenschrank getrocknet.

Ausbeuteberechnung:

Erhaltene Menge an Reaktionsprodukt: 2,3g.

$$3\text{g} / 100\% = 2,3\text{g} / X \Rightarrow X = 2,3\text{g} * 100\% / 3\text{g}$$

$$X = 76,7\%$$

Die Ausbeute beträgt somit 76,7%.