

Anorganisches Praktikum
2. Semester



FH MÜNSTER
University of Applied Sciences



FB Chemieingenieurwesen
Department of Chemical Engineering

Fachbereich Chemieingenieurwesen
Labor für Anorganische Chemie
und Angewandte Materialwissenschaft

Versuch V7
Version 02/2025

**Hydroxylamidokomplexe des Molybdäns(VI) mit
terminalen Oxo- und Sulfidoliganden**

Darstellung von $[\text{MoO}_2((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N-O})_2]$ und $[\text{MoS}_2((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N-O})_2]$

Chemikalien

| | |
|---------------------------|---|
| Natriummolybdat | $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ |
| Diethylhydroxylamin | $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}$ |
| Kalziumchlorid wasserfrei | CaCl_2 |
| Verdünnte Salzsäure | $\text{HCl}(\text{aq})$ |
| Toluol | C_7H_8 |
| Stickstoff | N_2 |
| Schwefelwasserstoff | H_2S |
| Phosphorpentoxid | P_4O_{10} |
| Diethylether | $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ |
| Eisensulfid | FeS |

Charakterisierung

Ausbeute, UV/VIS Absorptionsspektren, IR-Spektren, Schwefelgehalt (inkl. Berechnung des theoretischen Schwefelgehaltes)

1. Tag Darstellung von $[\text{MoO}_2((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N-O})_2]$ (Präparat 1)

Versuchsdurchführung

6,05 g $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ werden in max. 12,5 ml H_2O im Becherglas aufgelöst und anschließend unter Rühren 4,5 g Diethylhydroxylamin zugetropft. Dabei trübt sich die Lösung ein. Beim Ansäuern mit verd. HCl auf pH 5,0 fällt ein weißer Niederschlag aus. Dieser wird über eine Porzellannutsche (Filterpapier qualitativ) abgesaugt, mit Diethylether gewaschen und schließlich im Exsikkator über P_4O_{10} über Nacht getrocknet. UV-VIS-Spektrum 280 nm – 400 nm in Dimethylformamid; IR Spektrum

2. Tag Darstellung von $[\text{MoS}_2((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N-O})_2]$ (Präparat 2)

Versuchsdurchführung

In einem 500 ml Zweihalskolben werden 3 g $[\text{MoO}_2((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N-O})_2]$ in 200 ml Toluol gelöst. Zur Entfernung des bei der Reaktion gebildeten Wassers gibt man 40 g grob gekörntes wasserfreies CaCl_2 hinzu. In einer separaten Apparatur (siehe Anhang) erzeugt man H_2S und leitet es kontinuierlich über ein Einleitungsrohr ca. 1,5 h direkt in das Reaktionsgemisch ein, wobei die Lösung auf $50\text{ }^\circ\text{C}$ – $60\text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt und gerührt wird. Die zunächst farblose Lösung verfärbt sich allmählich rot. Nach Ablauf der Reaktionszeit wird die Lösung noch mindestens 30 min bei gleichbleibender Temperatur mit Stickstoff (Einleitungsrohr) gespült. Nach dem Abkühlen unter Stickstoffspülung wird das Reaktionsgemisch durch Abnutschen vom CaCl_2

getrennt und der Rückstand mit Toluol gewaschen. Die klare dunkelrote Lösung wird nun am Rotationsverdampfer bis zur Trockene eingedampft. Dabei erwärmt man den Einhalskolben auf max. 40 °C. Die zurückbleibenden tief roten Kristalle werden im Exsikkator über P₄O₁₀ aufbewahrt. Der Rotationsverdampfer muss anschließend durch Abrotieren von Aceton gereinigt werden.

UV-VIS-Spektrum von 280 nm - 750 nm in Dimethylformamid messen, Befüllung der Küvette unter dem Abzug; Vorsicht!! Küvette löst sich in DMF, wenn die Messung nicht schnell genug erfolgt. IR Spektrum aufnehmen und Schwefelgehalt bestimmen

Anhang

Zur Erzeugung von H₂S werden ca. 40 g FeS in einem 500 ml Rundkolben vorgelegt und dann ca. 200 ml halbkonz. HCl über einen Tropftrichter langsam während der Umsetzung zugetropft. Die H₂S-Zufuhr muss kontinuierlich erfolgen.