

## Vorschrift 1b

### Antimontriiodid ( $\text{SbI}_3$ )

#### *Arbeitsvorschrift:*

14 g Iod, 7 g feingepulvertes Antimon und 300 mL Toluol werden in einem Kolben versehen mit Rückflusskühler und Überglucker solange auf Rückfluss gehalten bis sich alles Iod umgesetzt hat. Der Kühler wird entfernt und die noch heiße(!) Lösung wird durch eine Umkehrfritte abfiltriert. Der Filtrationsrückstand kann mit wenig(!) heißem Toluol nachgewaschen werden. Beim langsamen Abkühlen bis etwa  $0^\circ\text{C}$  scheiden sich rote Kristalle von  $\text{SbI}_3$  ab. Die Ausbeute beträgt nach Abfiltrieren und Trocknung 80%. Das Produkt kann sublimiert werden:  $180 - 200^\circ\text{C}$ .

#### *Aufgabenstellung:*

Alle Arbeitsschritte außer dem letzten Abfiltrieren und der Trocknung sind unter Schutzgas durchzuführen!

Stellen Sie die Reaktionsgleichung auf und berechnen Sie den Ansatz, unter Annahme gleicher Ausbeute, auf 5 g Endprodukt.

Bestimmen Sie den Schmelzpunkt Ihres Produktes.

#### *Fragen:*

- Wie setzen Sie Ihre Apparatur unter Schutzgas (Skizze!)?
- Was versteht man unter „Rückfluss“?
- Wie stellen Sie fest ob sich alles Iod umgesetzt hat?
- Aus was besteht der Filtrationsrückstand und warum wird heiß abfiltriert?
- Wo liegt der Siedepunkt von Toluol?

#### *Literatur:*

„Handbuch der präparativen anorganischen Chemie“, Herausgeber: Georg Brauer, Verlag: Ferdinand Enke, 3. Auflage, 1975, I Band, Seite 591.