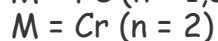
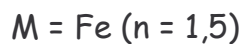
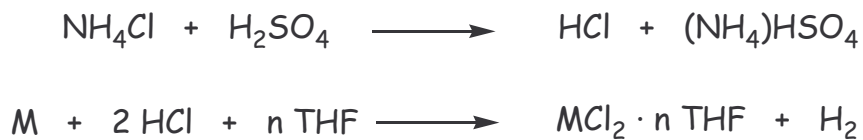


## Vorschrift 6

### Darstellung von $\text{FeCl}_2 \cdot 1.5 \text{ THF}$ bzw. $\text{CrCl}_2 \cdot 2 \text{ THF}$



#### Durchführung unter Schutzgas:

In einem Dreihalskolben (Kolben 1) versehen mit Tropftrichter, Stopfen und Gasableitung wird das Ammoniumchlorid vorgelegt. Die Gasableitung wird erst mit einer Sicherheitswaschflasche und dann in weiterer Folge so mit einem weiteren Dreihalskolben verbunden, dass ein Gaseinleitungsrohr eben in die Suspension aus trockenem THF und dem jeweiligen Metallpulver eintaucht. Der zweite Dreihalskolben (Kolben 2) ist neben der Gaseinleitung mit einem Stopfen und dem Überglucker versehen, welcher seinerseits an die Abgasleitung angeschlossen ist.

Anschließend wird die konzentrierte Schwefelsäure langsam zum Ammoniumchlorid zugetropft. Das sich dabei entwickelnde HCl Gas wird nun in die auf 0°C gekühlte Metall-Suspension eingeleitet. Am Ende der HCl Entwicklung ist darauf zu achten, dass keine Lösung aus Kolben 2 in die Sicherheitswaschflasche bzw. den Kolben 1 zurückgesaugt wird. Aus diesem Grund muss die Gaseinleitung rechtzeitig entfernt werden. Zur Vervollständigung der Reaktion wird am Ende der HCl Entwicklung das Eisbad entfernt und über Nacht gerührt. Am folgenden Arbeitstag wird das entstandene Metallsalz-Pulver mit Hilfe einer Umkehrfritte isoliert. Das Rohprodukt wird auf der Umkehrfritte zweimal mit wenig(!) Pentan gewaschen und im Vakuum (kurz!) getrocknet. Das Produkt wird anschließend in Eproutetten eingeschmolzen.

Ansatzberechnung auf 7,5 g Produkt; das Metallpulver wird als limitierende Komponente eingesetzt. HCl wird im 2,5-fachen Überschuss eingesetzt und das Verhältnis  $\text{NH}_4\text{Cl} : \text{H}_2\text{SO}_2$  wird 1:1 gewählt.