

Germanium(IV)chlorid¹

Durchführung:

Zum Fetten der Glasverbindungen empfiehlt sich PTFE-Fett.

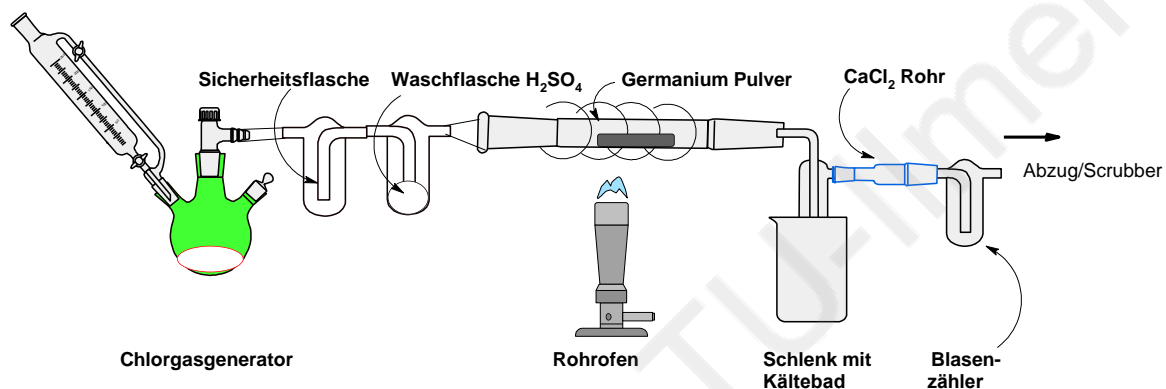


Abb.1. Schematischer Aufbau der Synthese

Der Aufbau (Abb. 1) bestand aus einer Gasentwicklungsapparatur (Rundkolben, Tropftrichter mit Druckausgleich) mit nachgeschalteter Schwefelsäurewaschflasche und einem Rohrfen mit Quarzrohr (Schliffverbindungen). Der Ausgang des Rohres wurde mit Krümmern und einem Schlenkrohr verbunden, welches auf -78°C gekühlt wurde. Dessen Ausgang wurde wiederum mit einem CaCl_2 Rohr und Blasen-zähler bestückt. Abb. 2 zeigt den studentischen Aufbau als Foto.

Nachdem ein Schiffchen mit gepulvertem Germanium (hier 8 g, 3N) in das Quarzrohr eingebracht und beide Enden des Rohres mit lose Porzellanscherben lose gepackt wurden, wurden zehn Minuten bis zur Waschflasche sekuriert. Die Gasentwicklungs-Apparatur wurde mit Trichloriso-cyanursäure² („Langzeit Chlortabletten“) bestückt und durch Zutropfen von konz. HCl ein gleichmäßiger Chlorstrom generiert. Der Ofen wurde dann auf $500\text{-}600^{\circ}\text{C}$ erhitzt.

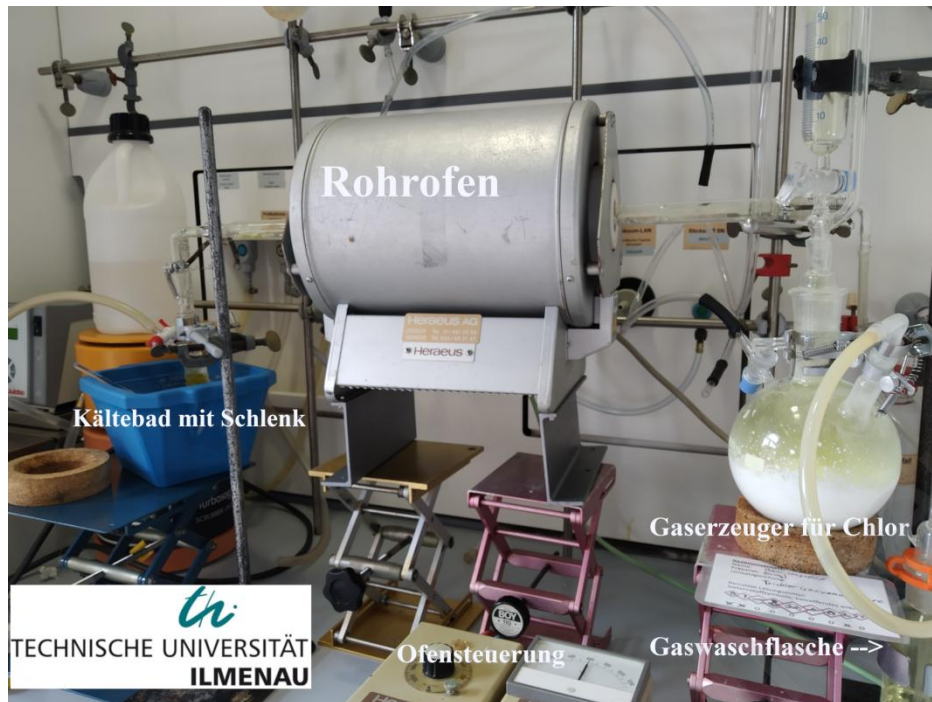


Abb.2 Studentischer Aufbau der Synthese, mit Beschriftung.

Man beobachtet bald das Kondensieren einer gelben Flüssigkeit im Schlenkrohr. Durch vorsichtiges Fönen konnte zurückgebliebenes Produkt im Quarzrohr in den Schlenk transportiert werden. Sobald alles Germanium umgesetzt wurde (1-2 Stunden), wurde der Ofen ausgeschaltet. Der Schlenk wurde aus dem Kältebad genommen, mit einem Stopfen verschlossen, dabei ist der Hahn (in Richtung Ausgang) offen (!!!) zu lassen, damit kokondensiertes Chlor entweichen kann. Am nächsten Tag wurde das Produkt inert über etwas Kupferdraht destilliert und geht bei 82°C als klare, farblose Flüssigkeit über. Zum Lagern wurde es inert in einer Ampulle abgeschmolzen. Ausbeute 80-95% der Theorie.

1. G. Brauer, Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, 1. Auflage
2. Diese Variante ist z.B. Kaliumpermanganat vorzuziehen, da alle abreagierten Nebenprodukte einfach entsorgt werden können und schwermetallfrei sind. Chlor aus Stahlfalschen ist natürlich ebenso einsetzbar. (Sicherheitswaschflasche nicht vergessen!)