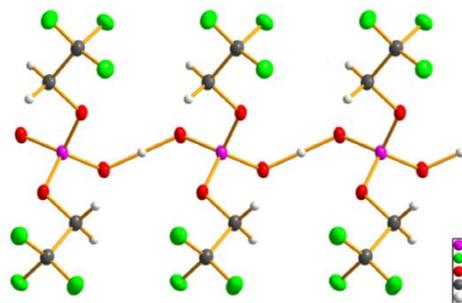
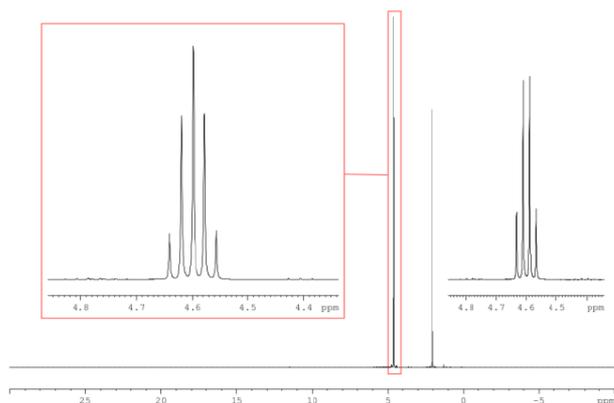


# Master-Grundpraktikum Anorganische Chemie

WiSe 2016/17  
Kurs vom  
09.01. – 10.02.2017



*Dr. Daniel Kratzert*  
*Dr. Martin Ade*

Vorbesprechung  
am  
16.12.2017



Institut für Anorganische und Analytische Chemie  
Albert-Ludwigs-Universität Freiburg

# Grunddaten zum Praktikum

- Turnus:** 1 Kurs pro Semester  
**Plätze:** 28 pro Kurs  
**Dauer:** 5 Wochen  
**Zeiten:** 13 – 18 Uhr  
**Gruppen:** jeweils 2 Studierende

<b>Teile:</b>	Molekülchemie (MC)	<i>Benotung:</i> 40 %
	Festkörperchemie (FK)	40 %
	Studentische Seminare (Referat)	20 %

*Praktische Arbeiten (MC und FK):*  
Kolloquium + Durchführung + Protokoll

# AC-Methodenkurse

*zur Vorbereitung aufs Praktikum empfohlen:*

Basiskurs Spektroskopie

Basiskurs Kristallographie (und Beugung)

- Grundkurse zu den wichtigen Charakterisierungsmethoden in der AC und im Praktikum
- eine Woche, jeweils Mo – Fr täglich von 13 – 18 Uhr
- Teilnahme **fakultativ** (Studierende Chemie M. Sc.)
- ECTS-Punkte (Modul Methoden und Konzepte)
  - *Kristallographie:* 2
  - *Spektroskopie:* 1

## **Termine:**

- Basiskurs Kristallographie: 10.-14.10.2016 (vor Semesterbeginn)
- Basiskurs Spektroskopie: 19.-23.12.2016 (vor dem Praktikumskurs)

# Praktikums-Zeitplan

Woche	vom - bis /am	Gruppen 1 – 7*)	Gruppen 8 – 14*)	Bemerkung
0	19.12. - 23.12.16	Methodenkurs Kristallographie		fakultativ
1	09.01. - 16.01.17	Festkörperchemie (FK)	Molekülchemie (MC)	
2	17.01. - 23.01.17			
3	24.01. - 30.01.17	Molekülchemie (MC)	Festkörperchemie (FK)	
4	31.01. - 06.02.17			
5	07.02. - 10.02.17	Studentische Seminare		
	10.02., 17.00 Uhr	Evaluierung		

**Praktikumsstart:** **Mo, 09.01.2017, 13.15 Uhr, R 46 (Weismannhaus):**

Seminar: Synthesemethoden der Festkörperchemie  
*anschließend:*

Platzübernahme und Sicherheitsunterweisung im Zintl-Saal (Raum 338, Chemie II)

**Versuchswochen:** von Dienstag bis Montag der darauf folgenden Woche

**Praktikumszeiten:** 13:00 -18:00 Uhr (bis 17.00 Uhr am Mo, Mi)

# Präparative Arbeiten

	Molekülchemie	Festkörperchemie
Dauer	2 Wochen	2 Wochen
Präparate	3 individuelle	3-4 individuelle
Raum	Zintl-Saal links	Zintl-Saal rechts
Schwerpunkt	Inertgasmethoden	FK-Methoden (Transport- / Solvothermalreaktionen)
Analytik	NMR /IR/Raman	Pulverdiffraktometrie
Vorprotokolle	ja	ja
Kolloquien	1 Kolloq. pro Präparat vor Versuchsbeginn	1 Vorkolloq. pro Präparat Abschlusskolloq. (alle Präparate)
Besonderheit		<i>Übungsblock:</i> - Strukturdiskussion → Protokoll - Pulverdiffraktometrie

# Molekülteil

**Praktikumssaal:** Zintl-Saal links (3. Stock, Chemie II)

**Leitung:** Dr. Daniel Kratzert

**Ausstattung:** 1 Glassatz und 1 Abzug pro Gruppe

**Programm:** 3 Präparate pro Gruppe

- gemeinsame Nutzung der Handschuhbox
- Charakterisierung durch NMR, IR, Raman, Schmelzpunkt, DSC, Strukturanalyse möglich (nach Bedarf)
- Absolutes Handyverbot am Abzug !

“Erster Tag”, 13.00 Uhr: Seminar bzw. Sicherheitseinweisung/  
Platzübernahme

“Letzter Tag”:  
Aufräumen und Putzen, Platzabgabe

# Praktikumsablauf Molekülteil

1. Literatur-Recherche und Verfassen eines Vorprotokolls (in Gruppenarbeit, s. Muster im Skript)
2. Assistent korrigiert Vorprotokoll (benotet)
3. Abhalten eines Versuchskolloquiums (benotet)
4. Durchführung des Versuchs
5. Verfassen eines Hauptprotokolls mit Auswertung
6. Assistent korrigiert Hauptprotokoll (benotet)

# Gruppen und Präparate Molekülteil

Master-AGP 1. Kurs WS 2016/17			
Gruppen-Nr. & Namen	1. Präparat	2. Präparat	3. Präparat
Gruppe 1	Ti(NEt <sub>2</sub> ) <sub>4</sub>	(Me <sub>2</sub> Si) <sub>6</sub>	H(Et <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> [P(C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ]
	<b>Ulf Breddemann</b>	<b>Arthur Martens</b>	<b>Lea Eisele</b>
Gruppe 2	Fe(CH <sub>3</sub> SO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Si(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>4</sub>	Na[CpMo(CO) <sub>3</sub> ]
	<b>Ulf Breddemann</b>	<b>Arthur Martens</b>	<b>Lea Eisele</b>
Gruppe 3	1,3-bis(Dipp)-imidazol-2-yliden	NHC-SiCl <sub>2</sub>	[Fe(L <sub>NN</sub> )(CO) <sub>3</sub> ]
	<b>Tobias Böttcher</b>	<b>Tobias Böttcher</b>	<b>Burghard Butschke</b>
Gruppe 4	[Mo(O <sub>2</sub> CCH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ]	Li[N(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub>	Na[CpW(CO) <sub>3</sub> ]
	<b>Ulf Breddemann</b>	<b>Arthur Martens</b>	<b>Lea Eisele</b>
Gruppe 5	P((CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>	Na[N(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub>	(C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> )Mo(CO) <sub>3</sub>
	<b>Ulf Breddemann</b>	<b>Arthur Martens</b>	<b>Lea Eisele</b>
Gruppe 6	Trimethylborazin	Sn[N(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub>	S(SiMe <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
	<b>Ulf Breddemann</b>	<b>Arthur Martens</b>	<b>Lea Eisele</b>
Gruppe 7	Ag[P(O)(OPh) <sub>2</sub> ]	SnCp <sub>2</sub>	[HNEt <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> [B <sub>12</sub> H <sub>12</sub> ]
	<b>Ulf Breddemann</b>	<b>Arthur Martens</b>	<b>Lea Eisele</b>

# Festkörperteil

**Praktikumssaal:** Zintl-Saal rechts (3. Stock, Chemie II)

**Leitung:** Dr. Martin Ade

**Programm:** 3 Saal- und 1 optionales Forschungspräparat  
+ Übungen zur Röntgenbeugung/Kristallchemie

- Nutzung von Abzügen, Öfen gemeinsam **nach Zeitplan**
- Seminare zu den Übungen (Auswertesoftware)
- Charakterisierung durch Röntgenpulverdiffraktometrie,  
nach Bedarf auch IR/Raman, DTA/TG, Strukturanalyse

“Erster Tag”, 13.00 Uhr: Synthese-Seminar

14.30 Uhr: Sicherheitseinweisung, Platzübernahme und  
Abschmelzübung

“Letzter Tag”, ca. 15.00 Uhr: Aufräumen und Putzen, Platzabgabe

# Praktikumsablauf Festkörperteil

1. Literatur-Recherche und Verfassen der Vorprotokolle (in Gruppenarbeit, s. Muster) – alle Präparate
2. Assistent korrigiert Vorprotokolle und führt kurzes Vorkolloquium durch
3. Durchführung der Versuche parallel/gestaffelt (Zeitplan)
4. Hauptkolloquium zu allen Versuchen in der 2. Woche des Praktikumsteils
5. Verfassen eines Hauptprotokolls mit Auswertung
6. Assistent/Leiter korrigieren Hauptprotokolle (benotet)

# Gruppen und Präparate Festkörperteil I

Master-Grundpraktikum Anorganische Chemie

2016WS17 (09.01. - 10.02.17)

Versuchsübersicht Festkörperteil

Teil A: Gruppen 1-7

(09.01. - 23.01.17)

Gruppe Nr. Präparate	1	2	3	4	5	6	7
Präparat 1	4.1.1 $A_2TeBr_8$ (A = K)	4.1.5 $Tl_6M_nI_{10}$ (M = Ag)	4.1.7 $RbTe_8$	4.1.7 $Cs_3Te_{22}$	4.1.4 $A_3Mo_2X_9$ (A = Rb, X = Cl)	4.1.8 $TeI_x$ (x = 0,5)	4.1.3 $CuTe_2$
Präparat 2	4.4.3 $La_xM_4P_{12}$ (M = Fe)	4.5.1 $MFe_2O_4$ (M = Ni)	4.2.4. Aurivillius-Phasen	4.5.3 $[C(NH_2)_3]_2SnI_4$	4.5.2 $Bi_2Te_3 \cdot Sb$	4.4.2 $MM'_2B_6$ ( $MM' = Zr, Nb, Cr$ )	4.2.5 $(La, Sr)_{n+1}Mn_nO_{3n+1}$ (n = 1, 2, 3, ∞)
Präparat 3	4.3.1 $NbSe_2$	4.3.6 $Te_6[WCl_6]_2$	4.3.5 $NbOI_2$	4.3.2 $FeP$	4.3.4 $CoAs_2$	4.3.7 $Cu_8PS_5Cl$	4.3.5 $WOBr_3$
Präparat 4	<i>optional</i>	<i>optional</i>	<i>optional</i>	<i>optional</i>	<i>optional</i>	<i>optional</i>	<i>optional</i>

Übungen:

Struktur-diskussion	MoCl <sub>3</sub>	ZrI <sub>3</sub>	CrCl <sub>3</sub>	AlCl <sub>3</sub>	MnP	NiP	FeP
Phasenanalyse	P 10	P 17	P 16	P 14	P 09	P 01	P 19

# Skripten zum Praktikum

## Skript zum Anorganisch-Chemischen Praktikum für Studenten im Masterstudiengang Chemie

(AGP Master)

- Molekülteil -



Universität Freiburg  
Stand: November 2016

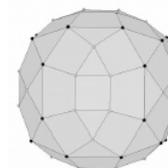
## Master-Grundpraktikum Anorganische Chemie

MPAC

Skript zum Teil

Festkörperchemie

Ver. 1.6.0



- Aktuelle Versionen auf den Webseiten zum Praktikum (s. u.)
- Hardcopy der „Allgemeine Teile“ beider Skripte zum Praktikumsbeginn (ohne Versuchsbeschreibungen)

# Allgemeines zum Praktikum

## ***Im Krankheitsfall:***

- bitte *sofort* der Praktikumsleitung mitteilen (E-Mail, Telefon, über Kommilitonen).

## ***Persönliche Schutzausrüstung:***

- Laborkittel (kann eventuell ausgeliehen werden)
- Schutzbrille (in der Platzausrüstung)
- Handschuhe (werden von uns gestellt)
- festes Schuhwerk
- geschlossene Kleidung

# Praktikumsbewertung

- **Gesamtnote** =  $0,4 * MC + 0,4 * FK + 0,2 * \text{Student. Seminar}$
- Noten MC bzw. FK: 1/3 Praktikum + 1/3 Kolloquien + 1/3 Protokolle
- Kolloquien werden gruppenweise abgehalten, können aber getrennt benotet werden. Eine einmalige Wiederholung ist möglich.
- Protokolle werden *gruppenweise* abgegeben und benotet. Plagiate werden mit ungenügend bewertet.
- Bei nicht fristgerechter Abgabe der korrigierten Protokolle (> 4 Wochen nach Kursende) gilt das Praktikum als nicht bestanden.
- Kursteilnehmer erhalten einen Schein mit der Gesamtnote
- Scheinausgabe im Sekretariat von Prof. Dr. H. Hillebrecht - erst nach Bezahlung des Glasbruchs!

# Studentische Seminare

Datum	Raum	Uhrzeit	Thema	Betreuer	Raum
Mi, 10.02.16	SR 044/45	13.15	MO-Theorie und Bindungskonzepte	Himmel	338a
		14.00	Cyclovoltametrie	Radke	333
		14.45	Symmetriebeziehungen zwischen Kristallstrukturen	Röhr	139
		15.45	Feststoffelektrolyte (Superionenleiter)	Ade	230
		16.30	Frustrierte Lewis-Paare (Aktivierung kleiner Moleküle)	Hog	328
Do, 11.02.16	SR 124	13.15	Niedervalente Siliziumverbindungen	Kratzert	331
		14.00	Supraleiter	Ludwig	241
		14.45	Chemie der Leuchtstoffe	Daub	229
		15.45	Synthese von Carbenkomplexen mit p-Blockelementen durch Carben-Transfer	Böttcher	334
		16.30	Magnetokalorimetrie	Hirt	233
Fr, 12.02.16	SR 044/45	13.15	Thermoelektrika	Wagner	237a
		14.00	Lithiumorganische Leitstrukturen	Schleep	329
		14.45	Protoelektrisches Potential	Radke	333
		15.45	Elektronische Eigenschaften niederdimensionaler Systeme	Ade	230

# Web/Kontakt

## Informationen und Skripte:

[http://portal.uni-freiburg.de/ac/institut\\_anorg\\_analytik/praktika\\_ac/AGP\\_MSc](http://portal.uni-freiburg.de/ac/institut_anorg_analytik/praktika_ac/AGP_MSc)

oder kürzer: <https://tr.im/0e3ff>

*Username:* MPAC

*Password:* elements

## Weitere Fragen:

*MC:* daniel.kratzert@ac.uni-freiburg.de

*FK:* martin.ade@ac.uni-freiburg.de