

## Übungen zu „Übergreifende Konzepte der Chemie“ Teil Anorganische Chemie

### 1. Struktur, Strukturbestimmung

1. Erklären sie die Begriffe Elektronen-, Spin-, Molekül- und Kristallstruktur.
2. Was versteht man unter Konstitution, Konfiguration, Konformation?
3. Nennen und beschreiben Sie drei wichtige Strukturbestimmungsmethoden.
4. Mit welchen Methoden und wie können Sie funktionelle Gruppen bestimmen?
5. Mit welchen Methoden lassen sich Bindungslängen und Bindungsstärken von Gasen bzw. von festen Stoffen bestimmen?
6. Nennen und beschreiben Sie zwei Methoden zur Bestimmung der Elektronenstruktur fester Stoffe.
7. Nennen und beschreiben Sie zwei Methoden zur Bestimmung magnetischer Strukturen fester Stoffe.
8. Wie unterscheiden sich phasen- und energiesensitive Strukturbestimmungsmethoden hinsichtlich Prinzip und Ergebnis?
9. Warum ist eine einzelne Methode zur Strukturaufklärung oft nicht ausreichend zur Analyse einer unbekanntes Substanzprobe?
10. Mit welchen Methoden kann man feststellen, ob es sich bei  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  bzw.  $\text{MgIn}_2\text{O}_4$  um normale oder inverse Spinelle handelt?
11. Welche Elemente können mittels EDX-Elementanalysen gut und welche nur schlecht detektiert werden?
12. Ein EDX-Spektrum zeigt die Elemente Silber und Brom. Läßt sich daraus schließen, daß es sich bei dieser Verbindung um Silberbromid? Erläutern Sie.
13. Welche strukturelevanten Informationen kann man aus einer rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme eines Kristalls erhalten?

### 2. Thermoanalyse

1. Was ist Thermische oder Thermo-Analyse?
2. Beschreiben Sie das Funktionsprinzip einer Thermoanalyse-Apparatur.
3. Welcher Unterschied besteht zwischen DTA und DSC?
4. Beschreiben Sie das Funktionsprinzip eines Thermoelementes.

5. Welche physikalischen/chemischen Eigenschaften lassen sich mit den unterschiedlichen Methoden der Thermoanalyse ermitteln, und welches Verfahren eignet sich für welche Eigenschaft?
6. Nennen Sie drei thermische Prozesse mit den jeweils geeigneten Thermoanalysemethoden.
7. Mit welchen Methoden kann man die Entwässerung von Hydraten untersuchen?
8. Entwässert jedes Hydrat direkt zur entsprechenden wasserfreien Verbindung? Welches Prinzip gilt für die Entwässerung von Hydraten?
9. Worin besteht der Unterschied zwischen Phasenumwandlungen 1. und 2. Ordnung?
10. Skizzieren Sie den Verlauf von Enthalpie  $H-H_0$ , Wärmekapazität  $C_p$  und Entropie  $S$  als Funktion der Temperatur  $T$  für Phasenumwandlungen 1. und 2. Ordnung.
11. Lassen sich Phasenumwandlungen höherer Ordnung mit der DTA nachweisen?
12. Wie lassen sich Phasen-(Zustands-)diagramme bestimmen?
13. Wie lassen sich Wärmekapazitätsänderung messen?

### 3. Beugungsmethoden

1. Was sind die Streuzentren bei der Röntgen-, Neutronen- bzw. Elektronenbeugung?
2. Beschreiben Sie die Vor- bzw. Nachteile der Röntgen- bzw. Neutronenbeugung hinsichtlich der Strukturbestimmung.
3. Welche Elemente sind mittels Röntgen-Beugungsmethoden nur schwer zu bestimmen?
4. Welche Elemente sind mittels Neutronen-Beugungsmethoden nur schwer zu bestimmen?
5. Bei der Umsetzung von  $MgCO_3$  mit  $SO_2$  in wässriger Lösung erhalten Sie einen feinkristallinen, weißen Niederschlag. Ist es möglich, die Zusammensetzung dieses Niederschlags röntgenographisch zu ermitteln? Welche röntgenographischen Methoden wenden Sie an? Wie gehen Sie vor?
6. Bei der Umsetzung von  $NH_4Cl$  mit  $PCL_5$  erhalten Sie eine Verbindung der Zusammensetzung  $PCl_2N$ . Mit welchen röntgenographischen Methoden und unter welchen Voraussetzungen können Sie die Konfiguration und die Molekülstruktur dieser Verbindung bestimmen? Bringt die Anwendung von Neutronenstrahlung bessere Ergebnisse hinsichtlich der o.g. Fragestellung?
7. Welche Informationen kann man aus einem Pulverdiffraktogramm erhalten?
8. Beim Vergleich eines gemessenen Pulverdiffraktogramms mit einem aus Einkristalldaten einer Vergleichssubstanz berechneten Pulverdiffraktogramm stellen Sie fest, daß die beiden Diffraktogramme ähnlich, die gemessenen Reflexe aber alle zu größeren  $2\theta$ -Werten verschoben sind. Welche Informationen können daraus für die vermessene Substanz abgeleitet werden?

9. Was versteht man unter Lage- und Auslenkungsparametern?
10. Was versteht man unter einem Streuvektor?
11. Was wird durch die Mess- und Verfeinerungsparameter einer Kristallstruktur beschrieben?
12. Skizzieren Sie die Unterschiede in den Röntgenbeugungsbildern eines monoatomaren Gases, einer monomolekularen Flüssigkeit und einer kristallinen Probe anhand geeigneter  $I(\theta)$ - vs.  $\theta$ -Diagramme und erklären Sie die Gründe für die Unterschiede.

#### 4. Röntgenbeugungsmethoden

1. Beschreiben Sie den Gang einer Einkristallstrukturbestimmung.
2. Beschreiben Sie den Beugungsvorgang bzw. die Reflexion von Röntgenstrahlen an den Netzebenenscharen von Kristallen mit Hilfe der Ewald-Kugel.
3. Was ist das Präzessionsverfahren und wodurch zeichnet es sich aus?
4. Was versteht man unter dem Phasenproblem der Röntgenstrukturanalyse?
5. Wie lassen sich funktionelle Gruppen mit Beugungsmethoden bestimmen?
6. Bei der Umsetzung von  $\text{MgCO}_3$  mit  $\text{SO}_2$  in wässriger Lösung erhalten Sie einen feinkristallinen, weißen Niederschlag. Ist es möglich, die Zusammensetzung dieses Niederschlags mit Röntgen-Pulvermethoden zu ermitteln? Falls ja, erklären Sie das Vorgehen.
7. Bei der Umsetzung von  $\text{NH}_4\text{Cl}$  mit  $\text{PCl}_5$  erhalten Sie eine Verbindung der Zusammensetzung  $\text{PCl}_2\text{N}$ . Unter welchen Voraussetzungen und mit welchen röntgenographischen Methoden können Sie die Konfiguration dieser Verbindung bestimmen? Beschreiben Sie das Vorgehen mit mindestens zwei Methoden.
8. Beim Vergleich eines gemessenen Pulverdiffraktogramms mit einem aus Einkristalldaten einer Vergleichssubstanz berechneten Pulverdiffraktogramm stellen Sie fest, daß die beiden Diffraktogramme ähnlich, die gemessenen Reflexe aber alle zu größeren  $2\theta$ -Werten verschoben sind. Welche Informationen können daraus für die vermessene Substanz abgeleitet werden?

#### 5. Schwingungsspektroskopie

1. Skizzieren Sie den Aufbau eines IR- und eines Raman-Spektrometers und nennen Sie die jeweils verwendeten Strahlenquellen und Detektoren.
2. Definieren Sie die Begriffe Grund-, Oberton- und Kombinationsschwingung.
3. Was versteht man unter Raman-Streuung bzw. Raman-Effekt, Stokes- und Anti-Stokes-Bereich bzw. Linien und wie lassen sie sich erklären?
4. Ist Raman-Streuung elastisch oder inelastisch?

5. Was muß erfüllt sein, damit Schwingungen Raman- bzw. IR-aktiv sind?
6. Beschreiben Sie den prinzipiellen Unterschied zwischen IR- und Raman-Spektroskopie.
7.  $\text{Hg}_2\text{I}_2$  kristallisiert in der Raumgruppe  $I4/mmm$  und hat die Punktsymmetrie  $D_{\infty h}$ .  
Wie viele Normalschwingungen erwarten Sie?  
Wie viele Hg-Hg- bzw. Hg-I-Streckschwingungsbanden sind im Raman-Spektrum zu beobachten und warum?  
Läßt sich die Hg-Hg-Streckschwingung im IR-Spektrum beobachten? Bitte erklären Sie, warum.
8. Was versteht man unter Streck- und Deformationsschwingungen?
9. Geben Sie die Bandenlagen (in  $\text{cm}^{-1}$ ) der Streck- und Deformationsschwingungen von Kristallwassermolekülen an.
10. Wie hängen die Schwingungsfrequenzen von der Masse, der Bindungsstärke und der Ladung ab?

## 6. Darstellung und Verwendung von Einkristallen

1. Aus welchen Aggregatzuständen lassen sich Einkristalle besonders gut darstellen und warum?
2. Nennen und beschreiben Sie je zwei Methoden zur Darstellung von Einkristallen aus der Gasphase, aus der Lösung bzw. aus der Schmelze.
3. Nennen und beschreiben Sie die verschiedenen Methoden zur Darstellung von Einkristallen aus Lösungen.
4. Was ist Gelkristallisation? Wann und warum wird sie eingesetzt?
5. Worin unterscheiden sich diffusions- und konvektionsgesteuerte Lösungs-Kristallisationsverfahren? Lassen sich beide Verfahren verknüpfen?
6. Was ist Hydrothermalsynthese? Was versteht man unter Solvothermalsynthese?
7. Welches Prinzip gilt für die Darstellung von Hydraten mittels Thermoanalyse?
8. Skizzieren und beschreiben Sie (mit Beispielen besonders geeigneter Verbindungen) die folgenden Verfahren bzw. Methoden zur Darstellung von Einkristallen: a) Czochralski, b) Verneuil, c) Transportreaktion.
9. Nennen Sie technisch wichtige Bereiche, in denen synthetische Einkristalle Verwendung finden.

## 7. Weitere Methoden und Übungen

Weitere Übungen ergeben sich aus den Übungsaufgaben zur Vorlesung und den praktischen Übungen.