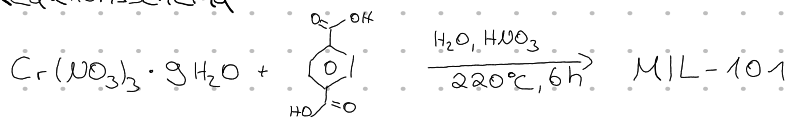


Reaktionsschema



Durchführung

- 401 mg $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ + 166 mg Terephthalsäure in Teflon-Becher
 - Zugabe 4,8 mL VE-Wasser
 - Zugabe 69 μL HNO_3 (Additiv)
 - Homogenisieren mit Glasstab
 - Schließen Becher, in Autoclave, verschließen
 - in Ofen, $220^\circ\text{C} \rightarrow 1\text{h}$ Ranke, für 6 h, abkühlen mit $\sim 30 \frac{^\circ}{\text{h}}$
 - Sediment abzentrifugieren
- ↳ mit 20 mL DLF bei 80°C für 1 h rühren \rightarrow abzentrifugieren (wenn möglich wiederholen)
- \rightarrow Sediment mit 20 mL MeOH bei 50°C für 1 h rühren \rightarrow abzentrifugieren
- \rightarrow " " " VE-Wasser bei 60°C für 1 h rühren \rightarrow abzentrifugieren
- \rightarrow Feststoff bei 100°C in Ofen trocknen

Analytik

- Messung Oberfläche & Porengröße in NOVA sorption analyzer; degasen bei 200°C für 2h
- IR - KBr-Scheibe
- PXRD
- TGA - frische, nicht-entgaste Probe

• Varianten:

- 1 kein HNO_3
2 + 5 mL H_2O
3 802 mg $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
4 138 μl HNO_3
5 anstelle HNO_3 , 111,15 mg NH_4F
6 Ofen auf 210°C statt 220°C
7 Reaktionszeit 3h statt 6h
8 2:1 mol. Verhältnis $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ & $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow 267\text{mg Cr}$, 30mg Fe
9 1 mmol $\text{CrCl}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ anstelle $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} \rightarrow 266\text{mg}$
10 Ansatz halb so groß, in Mikrowelle $\rightarrow 220^\circ\text{C}$ für 1h
11 2:1 mol. Verhältnis H_2BDC & 2-Aminoterephthalsäure $\rightarrow 111\text{mg H}_2\text{BDC}$ + 60mg 2-Aminoterephthalsäure
 \rightarrow nach 1 Tag bei RT: 10mg entgasenes Produkt zu 0,5 mL D_2O + 0,1 NaOD (40%)

Gefahren

- Chrom(III)nitrat-Nona hydrat $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
 - wassergefährdend, entzündend, wirkender Stoff
- Threphthalsäure
😊
 - Salpetersäure (65-68%)
 - ätzend, oxidierend
 - Dimethylformamid
 - wassergefährdend, entzündbar, krebserzeugend
 - Methanol
 - wassergefährdend, entzündbar, akut toxisch