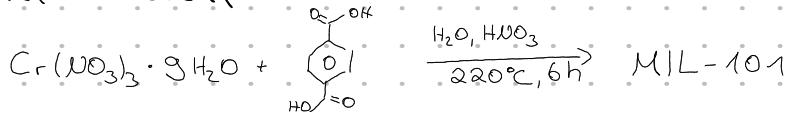


Vorprotokoll MIL-101

Reaktionschema



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°C \rightarrow 1h Röhre, für 6h, abkühlen mit $\sim 30^\circ\text{C}$
- Sediment abzentrifugieren
 - ↳ mit 20 mL DMSO bei 80°C für 1h röhren \rightarrow abzentrifugieren (wenn möglich wiederholen)
 - \rightarrow Sediment mit 20 mL MeOH bei 50°C für 1h röhren \rightarrow abzentrifugieren
 - \rightarrow " " " VE-Wasser bei 60°C für 1h röhren \rightarrow abzentrifugieren
 - \rightarrow Feststoff bei 100°C im 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 mg Cr, 90 mg 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 mg
- 10 Ansatz halb so groß, in Mikrowelle \rightarrow 220°C für 1h
- 11 2:1 mol. Verhältnis H_2BDC & 2-Aminoterephthalsäure \rightarrow 111 mg H_2BDC + 60 mg 2-Aminoterephthalsäure
 \rightarrow nach 1 Tag bei RT: 10 mg entgastes Produkt zu 0,5 mL D_2O + 0,1 N aq. OD (40%)

Gefahren

- Chrom(III)nitrat-Nonahydrat $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
 - \rightarrow wassergefährdend/entzündend wirkender Stoff
- Terephthalsäure 
 - Salpetersäure (65-68%)
 - \rightarrow ätzend, oxidierend
 - Dimethylformamid
 - \rightarrow wassergefährdend, entzündbar, krebszeugend
 - Methanol
 - \rightarrow wassergefährdend, entzündbar, akut toxisch