

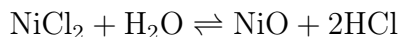
Darstellung von wasserfreiem Nickel(II)chlorid NiCl_2

ANDREAS J. WAGNER, PHILIPP VON DEN HOFF

7. Juli 2004

1 Theorie

Das Ziel dieses Versuches ist es, wasserfreies Nickel(II)chlorid NiCl_2 durch Entwässerung seines Hexahydrates $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ darzustellen. Hierzu sind diverse Methoden gangbar, unter anderem die Umsetzung mit Thionylchlorid SOCl_2 , im beschriebenen Versuch wird das Kristallwasser jedoch durch Ausheizen mit der Bunsenflamme unter HCl -Atmosphäre durchgeführt. Die Struktur von Nickel(II)chlorid-Hexahydrat zeigt Abbildung 1. Die Notwendigkeit des Chlorwasserstoffstromes liegt unter darin begründet, dass bei trockenem Erhitzen von $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ folgende Oxidation ablaufen kann:



Die HCl -Atmosphäre verschiebt gemäß LE CHATELIER das Gleichgewicht der Reaktion nach links und verhindert so die Bildung des Oxids. Ferner können eventuell auftretende basische Oxide bzw. Hydroxide der Zusammensetzungen $\text{NiO}(\text{OH})$ bzw. $\text{Ni}(\text{OH})_2$ durch HCl wieder unter Wasserbildung zu NiCl_2

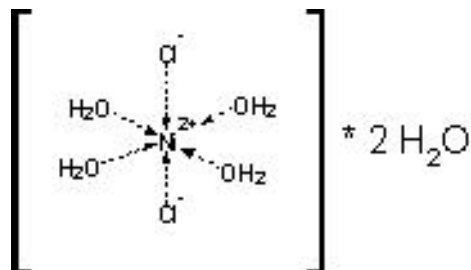


Abbildung 1: Struktur von $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

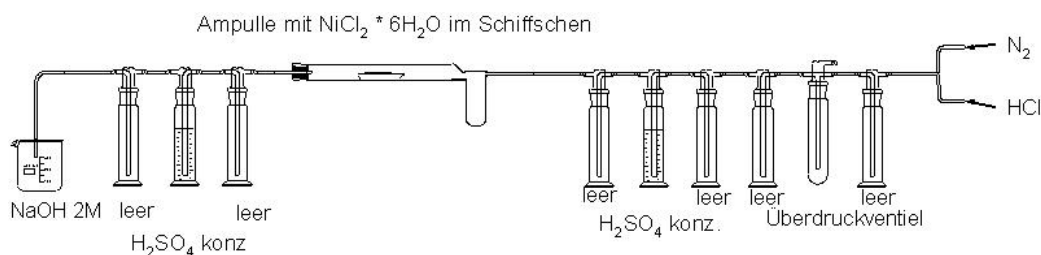


Abbildung 2: Versuchsaufbau.

hydrolysiert werden. Das freigesetzte Wasser wird im Versuch von H_2SO_4 cc. gebunden, welche stark hygroskopisch ist.

2 Durchführung

Der Versuchsaufbau ist schematisch in Abbildung 2 gezeigt: Nach dem Aufbau wird die Apparatur genügend lange mit N_2 gespült, um Luftfeuchtigkeit und auch O_2 möglichst vollständig zu verdrängen; ferner, um eventuelle undichte Stellen bzw. Lecke festzustellen. Nach Beschickung der Ampulle mit einem Keramiktiegel, welcher 3 g $\text{NiCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ enthält, wird HCl in die Apparatur geleitet. Der Gasstrom passiert zunächst ein mit Paraffin befülltes Überdruckventil und wird anschließend in der ersten Waschflasche mit H_2SO_4 conc. von eventuellem Wassergehalt befreit, wobei die den Waschflaschen vor- bzw. nachgeschalteten leeren Waschflaschen dazu dienen, im Falle eines eventuellen Unterdruckes der Apparatur den Inhalt der gefüllten Flaschen aufzufangen¹. Das getrocknete HCl wird anschließend über die Probe geleitet und dort mit Wasserdampf vermischt, welcher durch Erhitzen des Rohres aus dem Hydrat freigesetzt wird. In der folgenden H_2SO_4 -Flasche wird das Hydratwasser absorbiert. Die letzte Stufe besteht aus einem 500 ml-Becherglas mit $2 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$ $\text{NaOH}(\text{aq})$, welche das HCl unter Neutralisation absorbiert. Im Verlauf des Versuches ist daher darauf zu achten, dass das Becherglas keine zu große Gasblasenentwicklung zeigt², ansonsten muss der HCl -Strom unterbrochen und die Lauge aufgefrischt werden.

Im Verlauf der Reaktion wird durch die zunehmende Erhitzung der Probe mittels eines Bunsenbrenners immer mehr Hydratwasser ausgetrieben, wobei sich die Probe von hellgrün (Farbe des Hexahydrates) über rot nach orangegelb (Farbe des Anhydrides) ändert. Nach ca. einstündigem Erhitzen wird der HCl -Strom abgestellt und erneut durch N_2 ersetzt. Nachdem die Appa-

¹Man beachte hierzu auch die „Schaltung“ der Flaschen.

²Dies würde auf Sättigung der NaOH hinweisen.

ratur annähernd HCl-frei ist³, wird im N₂-Gegenstrom mithilfe eines langen Drahtes und eines Spatels die Substanz vorsichtig in die Glasfalle überführt. Abschließend wird die Falle mittels eines O₂-Propan-Schneidbrenners abgeschmolzen. Luftkontakt mit dem wasserfreien Produkt würde aufgrund seiner hohen Hygroskopie wieder zur Bildung des grünen Hexahydrates führen; demzufolge ist die Wasserfreiheit einfach anhand des Farbeindrucks zu erkennen.

3 Ergebnisse

Die Substanz konnte gut entwässert werden, der Farbeindruck liegt zwischen hellrot und orangegelb. Eine Bestimmung der Ausbeute ist nicht möglich, da die Ampulle nicht definiert gewogen werden konnte (es ist nicht vorherzusehen, welche Masse an geschmolzenem Glas haften bleiben würde). Die Ausbeute dürfte sich nach grober Schätzung auf etwa **70 - 80 %** belaufen, da das Produkt nicht quantitativ in die Glasfalle befördert werden konnte.

³(Kontrolle erfolgt mittels NH₃-Lösung am Schlauchausgang, Bildung von NH₄Cl-Nebeln weist auf HCl-Reste hin.)

4 Toxikologie

4.1 Nickel(II)chlorid-Hexahydrat $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Gefahrensymbole: T - Giftig, N - Umweltgefährdend

- krebserregend
- R 25-43-50/53
- S 24-37-45-61

4.2 Nickel(II)chlorid wasserfrei NiCl_2

Gefahrensymbole: T - Giftig, N - Umweltgefährdend

- krebserregend
- R 25-43-50/53
- S 24-37-45-61

4.3 Chlorwasserstoff HCl

Gefahrensymbole: T⁺ - Sehr giftig, C - Ätzend

- Verursacht schwere Verätzungen, reizt die Schleimhäute stark
- R 36/37/38
- S 26

Literatur

- [1] G.JANDER, E.BLASIUS:
Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie, **15.**
Aufl., [2002], 227