

Protokoll

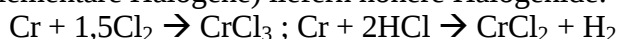
über

Versuch Nr. 5

Wasserfreie Halogenide: NiCl_2

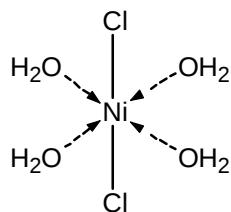
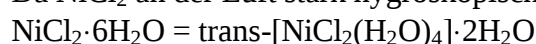
Theorie:

Von allen Elementen mit Ausnahme von He, Ne und Ar sind Halogenide bekannt. Übergangsmetallhalogenide werden meist durch Halogenierung der jeweiligen Metalle hergestellt. Hierbei unterscheidet man scharfe Halogenierungsmittel und milde H. Scharfe H. (z.B. elementare Halogene) liefern höhere Halogenide:



Nickel bildet mit allen Halogen (F, Cl, Br, I) Halogenide der Form NiX_2 , wobei Ni in der Oxidationsstufe +II vorliegt. In der Verbindung NiF_3 besitzt Ni die Oxidationsstufe +III. Ni in der Oxidationsstufe +IV existiert in Form des Komplexes $[\text{NiF}_6]^{2-}$.

Da NiCl_2 an der Luft stark hygroskopisch ist liegt es normaler Weise als Hexahydrat vor:

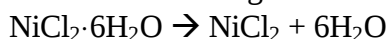


Die Verbindung kristallisiert aus wässriger Lösung in Form von grünen monoklinen Prismen aus.

Um das Hexahydrat zu entwässern genügt es nicht, es nur zu erhitzen, da sich die Verbindung sonst zersetzt:



Um der Zersetzung entgegenzuwirken, übt man auf das Gleichgewicht nach dem Prinzip von Le-Chatellier auf der rechten Seite Druck aus, in dem man $\text{HCl}_{(\text{gas})}$ zugibt. Auf diese Weise verschiebt sich das Gleichgewicht nach links und man erhält wasserfreies NiCl_2 :



NiCl_2 kristallisiert in der CdCl_2 -Struktur. Nickel ist dabei 6-fach koordiniert. Die Chloratome bilden eine kubisch dichteste Packung, die Nickelatome befinden sich in den Oktaederlücken jeder übernächsten Chlorschicht.

Versuchsdurchführung:

Versuchsaufbau:

Es ist darauf zu achten, daß die Waschflaschen so geschaltet sind, daß sie im Falle eines Über- bzw. Unterdrucks in der Apparatur als Auffangbehälter fungieren. Vor dem Versuch wird die Apparatur im Stickstoffstrom mit dem Brenner ausgeheizt. Danach kommen 3 g $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in die Mitte des Verbrennungsrohres. Im Chlorwasserstoffstrom erhitzt man nun das gesamte Rohr und die daran angeschmolzene Ampulle, um sämtliches Wasser zu vertreiben. Am Ende der Apparatur befindet sich eine Waschflasche mit verd. NaOH , um das HCl -Gas zu neutralisieren. Nach kurzer Zeit ist zu beobachten, wie sich das grüne Edukt in das ockergelbe Produkt umwandelt. Sind sowohl Produkt als auch Reaktionsrohr und Ampulle wasserfrei, so vertreibt man mit N_2 überschüssiges HCl aus der Apparatur. Weiterhin im N_2 -Strom überführt man das Produkt in die Ampulle und schmilzt diese mit dem Gebläsebrenner zu.

Ausbeuterechnung:

Theoretische Ausbeute:

$$n(\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 3/237,69 = 0,013 \text{ mol}$$

$$\Rightarrow m(\text{NiCl}_2) = 129,60 \cdot 0,013 = \underline{1,68 \text{ g}}$$

Praktische Ausbeute:

Nicht bestimmbar, da das Produkt in der Ampulle eingeschmolzen ist. Sie ist vermutlich auch dadurch geringer, daß es nicht möglich war, das Produkt quantitativ in die Ampulle zu überführen.

Toxikologie:

$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	R 25	Giftig beim Verschlucken
	R 43	Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich
	S 24	Berührung mit der Haut vermeiden
	S 37	Geeignete Schutzhandschuhe tragen
	S 45	Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen
NiCl_2	Siehe oben	
HCl	R 34	Verursacht Verätzungen
	R37	Reizt die Atmungsorgane
	S 1/2	Unter Verschuß und für Kinder unzugänglich aufbewahren
	S 26	Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren
	S 45	Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen

Literatur:

- Jander, Blasius; Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie; Stuttgart; S. Hirzel Verlag; 1995¹⁴; S.230
- Hollemann-Wiberg, Lehrbuch der anorg. Chemie; Berlin u.a.; Walter de Gruyter; 1976⁸¹⁻⁹⁰; S. 943
- Falbe J., Regitz M.; CD Römpp Chemie Lexikon; Stuttgart u.a.; Thieme; 1995⁹; Vers. 1.0