

Protokoll

7.3 Beispiel aus der Chemie des Nickels
vom 17.12.2002

Aufgabenstellung

Durchführen verschiedener Reaktionen mit Nickel innerhalb eines Kettenversuchs

Geräte

- Magnetrührer
- Bechergläser
- Glasstab
- Saugflasche und Glasfritte
- Filterpapier
- Kristallisierschale
- Pipetten

Chemikalien

- 0,24g NiCl₂ · 6H₂O
- konz. NH₃-Lösung
- 0,19g K₂C₂O₄ · H₂O
- 0,15g Glycin
- 0,25mL Acetylaceton
- 0,7mL Dimethylglyoxim-Lösung in NaOH
- konz. NaOH
- 0,5g Na₂EDTA
- konz. H₂SO₄
- 1g Aktivkohle
- verd. NaOH
- 4 ml 30%iges H₂O₂
- konz. HCl

Durchführung

- in kleinem BG 0,24g (0.001 mol) NiCl₂ in 5 ml ention. H₂O lösen
- tropfenweise Zugabe von konz. NH₃-Lsg., bis zur vollständigen Lsg. eines intermediär auftretenden NS
- mit Lsg. von 0,19g K₂C₂O₄ · H₂O mit 2 ml ention. H₂O versetzen, erhitzen
- ca. 30min im Eisbad stehen lassen
- Lsg. von 0,15g Glycin in 2ml H₂O und einige Tr. konz. NH₃ zugeben, kurz erwärmen
- Lösung in einen 100mL Erlenmeyerkolben mit Schliff füllen und Rührstäbchen hinzugeben
- zur Lsg. 0,25mL Acetylaceton tropfen, 10min rühren
- 0,7mL der ausstehenden Dimethylglyoximlsg. zur Suspension geben
- pH-Wert prüfen und mit konz. NaOH auf genau 12 einstellen
- 0,5g Na₂EDTA mit etwas ention. H₂O zugeben und ca. 30min im Rückfluss kochen
- das gelegentlich an der Kolbenwand hochziehende Ni(dmglH)2 mit etwas H₂O in Reaktionslsg. zurücksülen

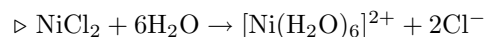
Rückgewinnung des NiCl₂:

- mit konz. H₂SO₄ möglichst genau pH-Wert von 1 einstellen
- 0,5g pulverförmige Aktivkohle zusetzen, Suspension aufkochen und heiß filtrieren
- nach Abkühlen mit verd. NaOH pH-Wert von 8 einstellen
- erneut 0,5g Aktivkohle und tropfenweise 4mL 30%iges H₂O₂ zugeben
- nach ca. 5min Rühren noch 10min kochen und heiß filtrieren
- Filtrat (blau) nochmals aufkochen, um restliches H₂O₂ zu verkochen
- bei Ausfällen eines bräunlichen NS abermals filtrieren
- mit konz. NaOH Lsg. auf pH-Wert von 12 bringen und aufkochen
- ausgefallenes Ni(OH)₂ absaugen
- SO₄²⁻-frei waschen und mit wenig konz. HCl gerade vollständig lösen
- Lsg. langsam zur Trockne eindampfen zur Vermeidung von Überhitzung und Zersetzung des festen NiCl₂
- erhaltenes NiCl₂ · 6H₂O auswiegen und Ausbeute der Rückgewinnung bestimmen

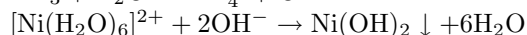
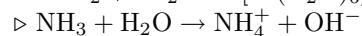
Ergebnis

Nickelausbeute: 0,08 g ⇒ 33%

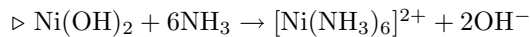
Beobachtung / Auswertung



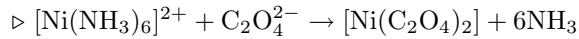
grüne Lösung



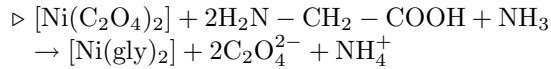
intermediär auftretender, grüner NS



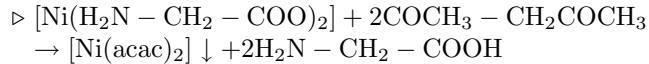
Komplexbildung mit Ammoniak
klare, tiefblaue Lsg.



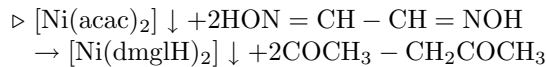
Komplexbildung mit Oxalat
türkise Lsg., dann K. von Oxalatonickelkomplex



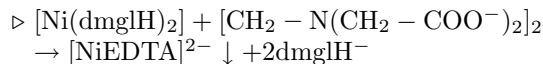
Komplex mit Glycin
hellblaue Lsg. von Nickelglycinat



Komplex mit Acetylaceton
hellblauer NS von Nickelacetylacetonat

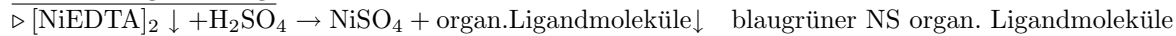


Komplex mit Dimethylglyoxim
himbeerroter Bis(dimethylglyoximato)-nickel(II)-NS bzw. Ni-Diacetyldioxim

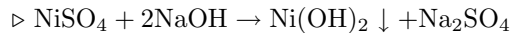


Komplex mit EDTA (Ethyldiamintetraacetat)
klare, blaugrüne NiEDTA-Lsg.

NiCl₂-Rückgewinnung:



- durch Ansäuern mit H₂SO₄ Protonierung der organ. Liganden ⇒ keine Bindungen mit Ni²⁺ mehr mgl.
- schlechte Löslichkeit einiger Ligandmoleküle ⇒ Ausfallen als Feststoff oder Bildung eines öligen Films an der Flüssigkeitsoberfläche (Acetylaceton)
- Absorption der organ. Stoffe an Oberfläche der zugegebenen Aktivkohle u. Abtrennung durch Filtrieren
- zugegebenes H₂O₂ bewirkt oxidative Zerstörung der Wasserinhaltsstoffe
- ⇒ Entstehung einer blauen NiSO₄-Lösung ohne organischen Ligandmolekülen

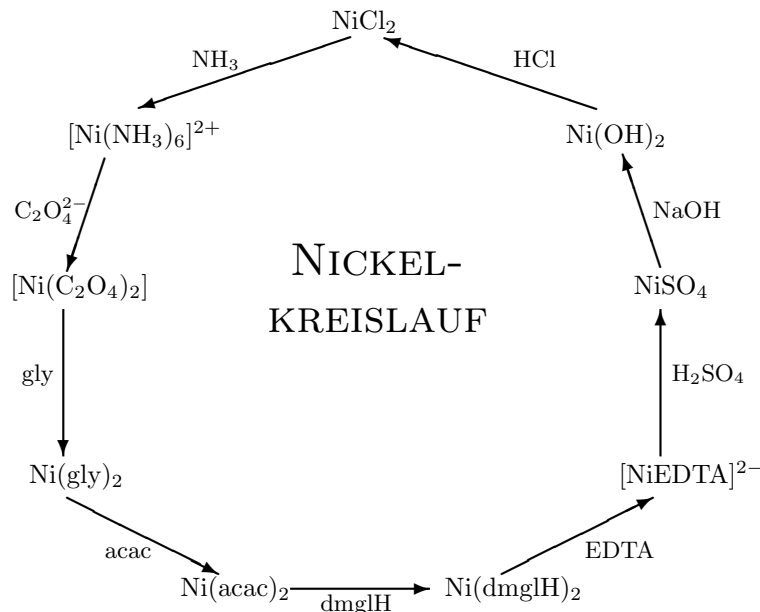


hellgrüner Ni(OH)₂- NS



gelbe NiCl₂-Lsg.

- nach Eindampfen H₂O-freier, gelber NiCl₂-Rückstand
- Umwandlung in grünes NiCl₂ · 6H₂O durch H₂O-Aufnahme aus der Luft



Entsorgung bzw. Weiterverwendung der Edukte und Produkte

Das recycelte Nickelchlorid wird zur Wiederverwendung gesammelt.

Das Filtrat der Hydroxidfällung kann verworfen werden. Wenn es noch bläulich gefärbt ist, ist dies ein Zeichen dafür, dass die EDTA-Eliminierung nicht ganz vollständig war, so dass Nickel als EDTA-Komplex in Lösung bleibt. In diesem Fall muss das Filtrat zu den Ni²⁺-Abfällen gegeben werden. Alle Filtrerrückstände werden zu den Abfällen (Ligandengemisch V 7.3) gegeben.