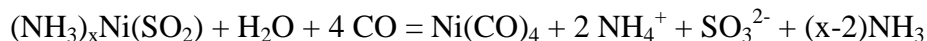


### III. Fémkarbonil előállítása redukzív karbonilezéssel.

#### Nikkel-tetrakarbonil előállítása

##### 1. BEVEZETÉS

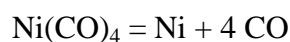
A nikkel-tetrakarbonilt ( $\text{Ni}(\text{CO})_4$ ) nikkel-szulfátnak ammóniát és nátrium-ditionitot ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ) tartalmazó vizes oldatából állítjuk elő szénmonoxid gáz bevezetésével.



A szénmonoxidot nátrium-formiátból állítjuk elő tömény kénsav segítségével:



Az illékony nikkel-tetrakarbonilt a fejlesztése után biztonsági okokból termikusan elbontjuk fém nikkelre és szénmonoxidra:

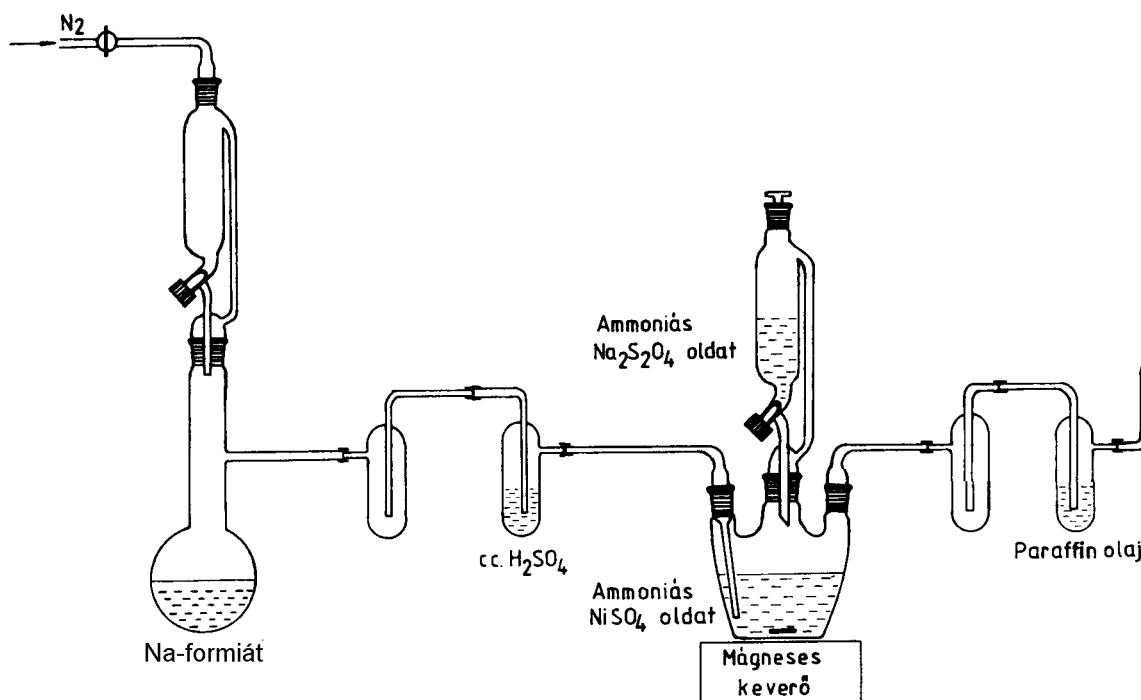


##### 2. ELVÉGZENDŐ FELADATOK

Nikkel-tetrakarbonil előállítása és termikus bontása (kb. 3 óra)

##### 3. KÍSÉRLETI BERENDEZÉS

Lásd a III/1. ábrán.



III/1. ábra Kísérleti berendezés a  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  előállításához

#### 4. FELHASZNÁLT ANYAGOK – BALASETVÉDELMI TUDNIVALÓK

anyag	móltóm.	$\rho$ (gcm <sup>-3</sup> )	op., fp (°C)	felhasznált (mmol)	bemérendő (g, cm <sup>3</sup> )	R kódok	S kódok
NiSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	280,88	1,948		10	3,5 g	22-40-42/43	22-36/37
ccNH <sub>3</sub> old.	17,03				15 cm <sup>3</sup>		
Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	174,11			20	3,2 g	7-22-31	7/8-26-28-43
HCOONa	68,01		259,262	440	30 g	36/37/38	26-36
ccH <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,08	1,84			80 cm <sup>3</sup>	35	26-30-45

A nikkeltetrakarbonil szobahőmérsékleten is jól párolgó folyadék. Gőze is rendkívül mérgező, ezért a műveleteket kizárólag oktató felügyeletével, fülke alatt szabad végezni!

#### 5. A KÍSÉRLET RÉSZLETES LEÍRÁSA, A MUNKA MENETE

Fülke alatt szereljük össze a III/1. ábrán látható berendezést. A buborékszámológát töltjük meg kénsavval, illetve paraffinolajjal.

A szénmonoxid fejlesztéséhez tegyük a gázfejlesztő lombikba portölcsér segítségével 30 g nátrium-formiátot, a csepegtetőtölcsérbe pedig 80 cm<sup>3</sup> cc. kénsavat. A kétnyakú lombikba tegyük bele a mágneses keverőttestet.

A teljes összeszerelés után kezdjük meg a nitrogéngáz átáramoltatását a berendezésen. Az optimális áramlási sebesség 2 – 3 buborék/perc.

Oldjunk fel külön főzőpohárban 3,5 g nikkeltetrakarbonil szulfátot 100 cm<sup>3</sup> vízben, majd adjunk hozzá 15 cm<sup>3</sup> cc. ammónia oldatot. Az így készült oldatot hosszúnyakú tölcser segítségével töltjük a kétnyakú lombikba úgy, hogy a jobboldali csiszolatnál kiemeljük a csepegtetőtölcsért. Helyezzük vissza a tölcser, és indítsuk el a mágneses keverőt. A levegő teljes eltávolítása érdekében néhány percig még áramoltassuk a nitrogént.

Közvetlenül ezután egy kis főzőpohárban gyors mozdulatokkal oldjunk fel 3,2 g nátrium-ditionitot 40 cm<sup>3</sup> vízben, majd adjunk hozzá 15 cm<sup>3</sup> tömény ammónia oldatot. Ezt az oldatot öntsük a csepegtetőtölcsérbe, majd kezdjük meg a szénmonoxid fejlesztését a kénsav lassú csepegtetésével. Kb. 5-10 perc múlva a készülék végén eltávozó gázhoz Bunsen égőt téve nézzük meg, hogy ég-e. Folyamatos gázfejlődés mellett, és ha már az egész rendszerben CO van, a láng közel folyamatosan, halványkéken ég. Biztonsági okokból célszerű a készülék végére elhelyezett üvegcsövet egy kissé összeszűkíteni, és a fülke elszívójához közel helyezni.

Ezután kezdjük meg a nátrium-ditionit oldat becsepegtetését kb. 1 csepp/s sebességgel. Rövid idő múlva megkezdődik a nikkeltetrakarbonil képződése, amit a láng sárgás elszíneződéséről vehetünk észre. A nikkeltetrakarbonil termikus bontására kezdjük meg az üvegcső melegítését. A melegítés hatására előbb fekete elszíneződés, majd fényes nikkeltetrakarbonil bevonat képződik a cső belsejében.

A nikkeltetrakarbonil fejlesztését úgy fejezzük be, hogy leállítjuk a ditionit adagolását, majd a tömény kénsav csepegtetésének beszüntetésével megállítjuk a szénmonoxid fejlesztését. Ezután nitrogénnel alaposan átöblítjük a berendezést, majd a fülke alatt szétszereljük a készüléket. Az edények elmosása vízzel történik, a nikkeltetrakarbonil bevonatot cc. sósavval lehet eltávolítani.

#### 6. A TERMÉK AZONOSÍTÁSA

A nikkeltetrakarbonil szobahőmérsékleten jól párolgó, színtelen folyadék. Op.: -25 °C, fp.: 40 °C. Gőze is rendkívül mérgező, ezért a műveleteket kizárólag oktató felügyeletével, fülke alatt szabad végezni! A nikkeltetrakarbonil kimutatható úgy is, hogy a távozó gázokat egy kihúzott végű üvegcsövön keresztül néhány csepp brómot tartalmazó szén-tetraklorid oldatba vezetjük. A reakció

következtében az oldat elszíntelenedik és sárga színű nikkell(II)-bromid csapadék válik ki.

### 7. KÉRDÉSEK

1. Hogyan reagál brómmal a nikkell-tetrakarbonil?
2. Megfelel-e a 18 elektronos szabálynak a nikkell tetrakarbonil szerkezete?
3. Megfelel-e a 18 elektronos szabálynak a vas-pentakarbonil szerkezete?
4. Ismer-e olyan karbonilt, amiben a szénmonoxid híd helyzetű?
5. Milyen egyéb módszereket ismer fémkarbonilok előállítására?
6. Milyen kölcsönhatásokon alapul a fém-CO kötés?
7. Ismertesse az átmenetifém-karbonilok jellemző reakcióit!