

Tris-(2,2'-bipyridyl)-ruthenium(II)-chlorid, alternativ

Tris-(2,2'-bipyridyl)ruthenium(II)-chlorid lässt sich auf verschiedenen Wegen herstellen. Hier wird eine alternative Darstellung zur bereits bekannten Synthese vorgestellt. Der Zeitaufwand ist hier geringer, allerdings werden mehr Ausgangsstoffe benötigt.

Geräte:

Stahltopf, Sand, Uhrglasschalen, beheizbarer Magnetrührer, Rührfisch, Erlenmeyerkolben (300 ml), Rückflusskühler, Filtrationszubehör (Filterpapier usw.)

Chemikalien:

Ruthenium(III)-chlorid (Hydrat) (Xi)



2,2'-Bipyridyl (T)



Aceton (F, Xi)



Natriumhypophosphit-Monohydrat

Kaliumchlorid

Wasser

Tris-(2,2'-bipyridyl)-ruthenium(II)-chlorid (?)

Durchführung:

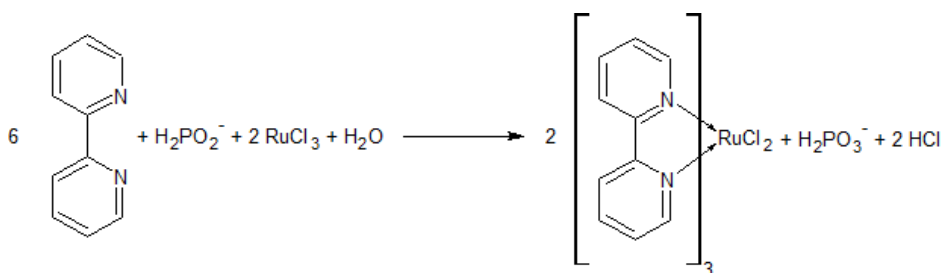
980 mg Rutheniumchlorid Hydrat (Ru-Gehalt 40,9 %) werden auf einer Uhrglasschale im Sandbad bei 120 °C für 3 Stunden erhitzt (abgedeckt mit einer anderen Uhrglasschale), mit einem Pistill auf der Uhrglasschale zerpulvert und erneut 1 Stunde bei 120 °C erhitzt. Es ergibt sich ein Gewichtsverlust auf 900 mg. In einem 300 ml-Erlenmeyerkolben werden 1,94 g 2,2'-Bipyridin und 3,17 g Natriumhypophosphit-Monohydrat in 11 ml dest. Wasser suspendiert bzw. gelöst und das getrocknete Rutheniumchlorid unter leichtem Schwenken hinzugefügt. Weitere 70 ml dest. Wasser werden hinzugefügt und die Reaktionsmischung unter Rühren für 90 min beim Siedepunkt unter Rückfluss gehalten. Ist die Lösung anschließend klar und ohne Fremdpartikel, kann das Filtrat durch ein Filterpapier in eine Uhrglasschale gefüllt (evtl. durch einen Rückflusskühler) und im Sandbad bei 120 °C für 3 Stunden erhitzt werden. Es ergibt sich ein Gewichtsverlust auf 900 mg. In einem 300 ml-Erlenmeyerkolben werden 1,94 g 2,2'-Bipyridin und 3,17 g Natriumhypophosphit-Monohydrat in 11 ml dest. Wasser suspendiert bzw. gelöst und das getrocknete Rutheniumchlorid unter leichtem Schwenken hinzugefügt. Weitere 70 ml dest. Wasser werden hinzugefügt und die Reaktionsmischung unter Rühren für 90 min beim Siedepunkt unter Rückfluss gehalten. Ist die Lösung anschließend klar und ohne Fremdpartikel, kann das Filtrat durch ein Filterpapier in eine Uhrglasschale gefüllt (evtl. durch einen Rückflusskühler) und im Sandbad bei 120 °C für 3 Stunden erhitzt werden. Es ergibt sich ein Gewichtsverlust auf 900 mg.

Entsorgung:

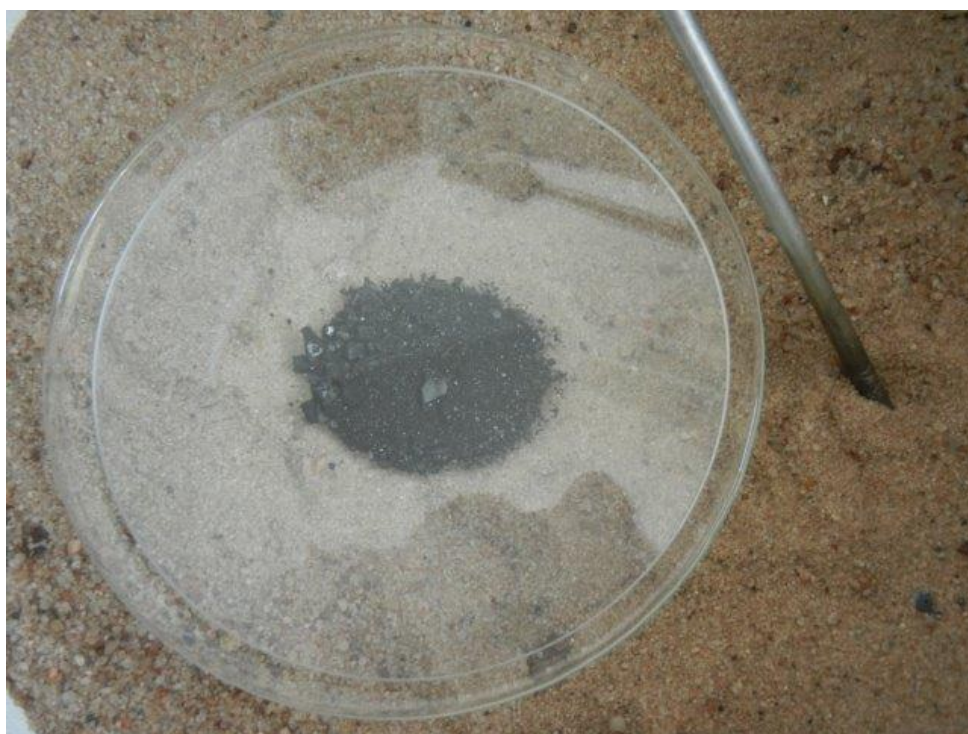
Überreste der Lösung werden in den Schwermetallabfall gegeben.

Erklärung:

Die freien Elektronenpaare des Liganden binden mit den unbesetzten d-Orbitalen des Ruthenium(II)-ions, welches durch Reduktion von Ruthenium(III) durch Hypophosphit gebildet wird. Bei Abkühlung fällt $\text{Ru}(\text{bipy})_3\text{Cl}_2$ als Hexahydrat an, dessen Löslichkeit durch die Chloridionen des zugesetzten Kaliumchlorids weiter herabgesenkt wird.



Bilder:



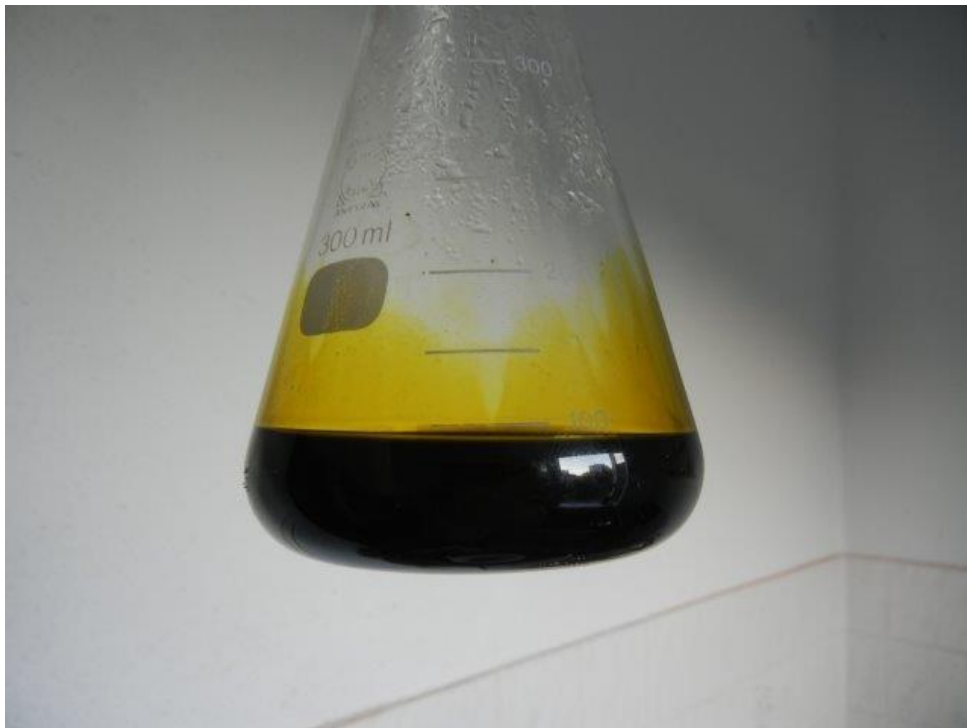
Rutheniumchlorid im Sandbad zum Trocknen



Nach dem Durchmischen der drei Edukte mit wenig Wasser. Es bleiben zunächst noch Klümpchen übrig.



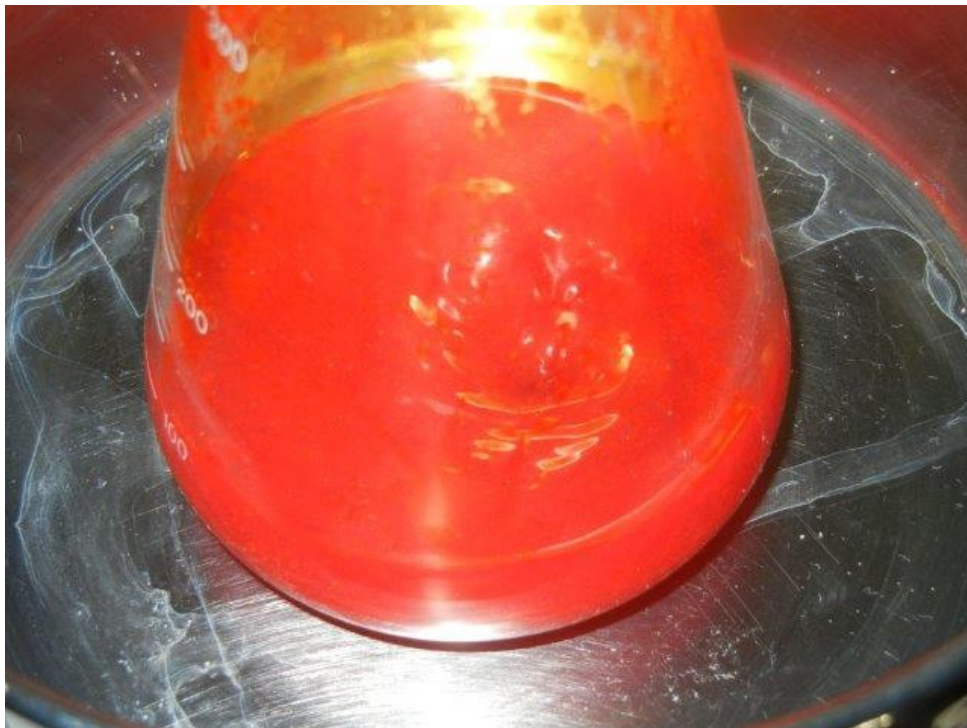
Nach Zusatz weiterer 70 ml Wasser und anfänglichem Erwärmen hat sich alles weitgehend aufgelöst. Die Farbe ändert sich dabei von rot nach grün...



...um dann wieder gelb zu werden. Nach weiterem Erwärmen geht die Farbe über gelb nach rot und anschließend hellt sich die rote Farbe stark auf.



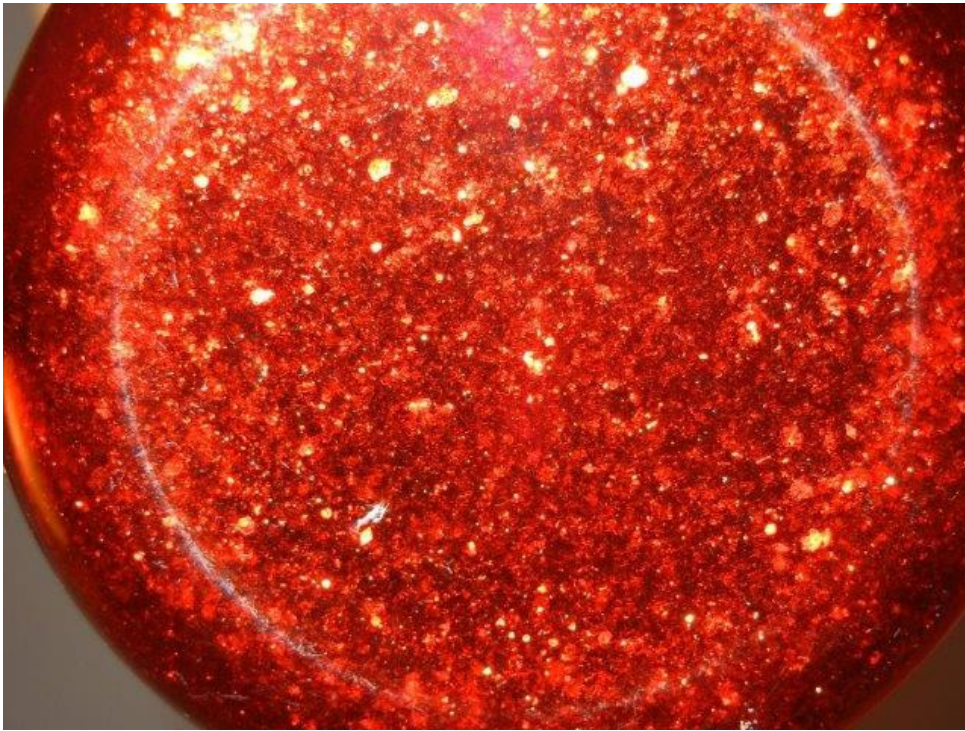




Nach Zugabe des Kaliumchlorids fällt ein Teil des Komplexes aus. Deshalb wird nach Zugabe einiger Milliliter Wasser erneut erhitzt und abkühlen gelassen.



Beim Abkühlen bilden sich Kristallblättchen.



Boden des Erlenmeyerkolbens von unten betrachtet



Nach dem Filtrieren gewaschenes, ausgepresstes und getrocknetes $\text{Ru}(\text{bipy})_3\text{Cl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

Quelle:

R.N. Zare & B.H. Spencer (1995) Laser Experiments for Beginners. University Science Books, pp. 203-205.
Eingeschränkte Buchvorschau bei Google Books