

Experimentieranleitung für die Mittel- und Oberstufe



Aluminium und Eloxalverfahren



Name:

Datum:

Willkommen im Merck-TU Darmstadt-Juniorlabor

Das Thema, mit dem wir uns heute beschäftigen heißt:

Aluminium und Eloxalverfahren

Inhaltsübersicht

<u>Allgemeine Laborregeln:</u> Sicheres Arbeiten im Labor	3
<u>Einleitung:</u> Aluminium	4
<u>Versuch 1:</u> Thermit-Versuch (ein Demonstrationsversuch)	6
<u>Einleitung:</u> Eloxalverfahren	7
<u>Versuch 2.1:</u> Eloxieren (Beizen und Dekapieren)	8
<u>Versuch 2.2:</u> Eloxieren (Eloxieren)	10
<u>Versuch 2.3:</u> Eloxieren (Färben)	13
<u>Versuch 3:</u> Aluminiumnachweis in Deodorant	14
<u>Versuch 4:</u> Erzeugen eines Silberspiegels in einer Glas-Flasche	16

Allgemeine Laborregeln

Sicheres Arbeiten im Labor

1. Im Labor müssen Schutzbrille und Kittel getragen werden!
2. Im Labor darf weder gegessen noch getrunken werden!
3. Jeder Hautkontakt mit Chemikalien ist zu vermeiden!
4. Das Labor darf nur mit festem Schuhwerk und langer Beinkleidung betreten werden.
5. Lange Haare sollten zusammengebunden werden.
6. Jacken und Taschen dürfen nicht ins Labor mitgenommen werden!
7. Im Labor müssen alle Gefäße in denen Chemikalien sind beschriftet werden.
8. Lies vor jedem Experiment genau die Versuchsanleitung.
9. Frage bei Problemen die Betreuer*innen.
10. Lasse den Versuchsaufbau stets von einem/r Betreuer*in kontrollieren!
11. Lies die Beschriftung von Chemikalien genau, bevor du sie verwendest.
12. Gehe sorgfältig und sachgerecht mit allen Laborgeräten um!
13. Abfälle dürfen nicht ohne Erlaubnis in den Ausguss entsorgt werden. In der Regel stehen Kanister zur Entsorgung bereit. Achte auf die Anweisungen zur Entsorgung von Chemikalienabfällen. Frage auch hier im Zweifel immer das Betreuer*enteam.
14. Halte die Laborräume sauber!
15. Wenn du beim Experimentieren mit Chemikalien in Kontakt gekommen bist, wasche die Hautstelle sofort ab!
16. Chemikalien darf man nicht probieren.
17. Prüfe den Geruch einer Chemikalie stets durch Zufächeln!
18. Wasche dir nach dem Verlassen des Labors unbedingt die Hände!

Einleitung:

Aluminium



Aluminium ist das häufigste Metall in der Erdkruste, es ist allgegenwärtig. Allerdings liegt es fast nie als Metall vor, sondern in Verbindungen. So besteht zum Beispiel das Erz Bauxit aus Aluminiumoxid und anderen Verbindungen wie Eisenoxid. Auch in unserem Alltag bestehen sehr viele Gegenstände aus metallischem Aluminium oder aus Aluminiumverbindungen.

1. Aufgabe: Ordne die Gegenstände zu:

Elementares
Aluminium

Aluminium-
verbindungen



Erst im Jahr 1808 wurde Aluminium von Sir Humphrey Davy entdeckt. Das ist sehr spät, im Vergleich dazu wurde zum Beispiel Eisen schon 3000 vor Christus von Menschen verarbeitet.

Aluminium & Eloxalverfahren

2. Aufgabe:

Aluminium wurde viel später als Eisen entdeckt. Woran könnte das liegen?

.....

.....

Herstellung von Aluminium

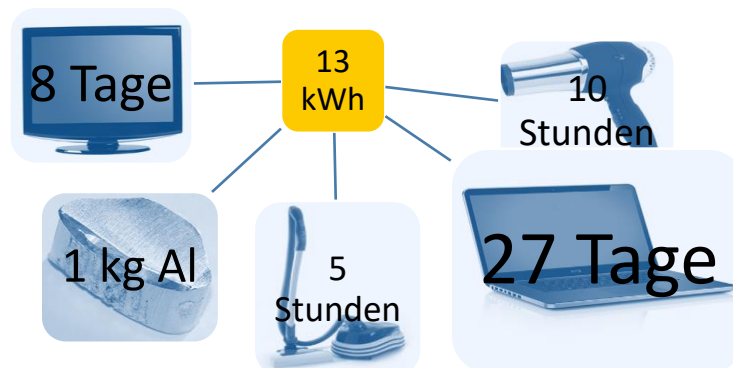
Großtechnisch wird Aluminium heute noch nach dem Bayer-Verfahren hergestellt, das im Jahr 1889 von Carl Josef Bayer entwickelt wurde. Dabei wird aus Bauxit reines Aluminiumoxid hergestellt. Dieses wird dann in einer Schmelzflusselektrolyse im sogenannten Hall-Héroult-Prozess zu Aluminium reduziert.

Was ist Bauxit?

Aluminium liegt in der Natur nicht als Metall vor, sondern in Verbindungen, häufig gemeinsam mit Silicium, aber auch in anderen Kristallen. Deswegen wurde es auch so lange von niemandem entdeckt. Um es in seiner metallischen Form zu erhalten, muss **sehr viel Energie aufgebracht werden**.



Um ein Kilogramm Aluminium herzustellen, **werden 13-14 kWh benötigt**. Was man mit 13-14 kWh noch so machen kann, siehst du hier:



Umweltproblematik

Die Herstellung von Aluminium belastet die Umwelt sehr. Zum einen entstehen giftige Rotschlämme, die ein Entsorgungsproblem darstellen. Außerdem entstehen große Mengen Fluorwasserstoff und Kohlenstoffmonoxid, die den Treibhauseffekt steigern.

Aus diesen Gründen ist es sehr wichtig, dass Aluminium recycelt wird.

Das Recyceln benötigt nur 5% der oben angegebenen Energiemenge für ein Kilogramm Aluminium und es fallen auch viel weniger problematische Abfallstoffe an.

Versuch 1:

Thermit-Versuch (ein Demonstrationsversuch von ca. 20 min)

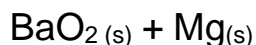
Allgemeines: Um ein Gefühl dafür zu bekommen, wie energiereich metallisches Aluminium ist, lassen wir es zurück zu seinem Oxid reagieren und reduzieren so Eisenoxid. Dabei wird sehr viel Energie frei!

In diesem Zusammenhang kannst du dir noch einmal vor Augen führen, dass metallisches Aluminium ganz und gar nicht vergleichbar ist mit Aluminiumverbindungen, wie mit seinem Oxid oder die Mineralien, in denen es natürlich vorliegt: Das Metall ist sehr energiereich, die Verbindungen dagegen energiearm. Allein schon daraus resultieren ganz unterschiedliche Eigenschaften.

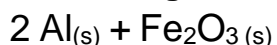
Zum Versuch: Aluminium reduziert unter starker Wärmeentwicklung und in einer grellen Lichterscheinung – Hier ist also die freiwerdende Energie! – Eisen(III)-oxid (Fe_2O_3) zu flüssigem Eisen, das zusammen mit Aluminiumoxid (Al_2O_3) in einem Graphit-Tiegel aufgefangen wird und dann beim Abkühlen erstarrt.

Die Reaktion ist zwar stark exotherm (das bedeutet, es wird Energie frei), hat aber eine hohe Aktivierungsenergie, so dass die Ausgangsstoffe nicht ohne weiteres miteinander reagieren. Wir brauchen ein Zündgemisch aus Bariumperoxid und Magnesium, um die Aktivierungsenergie bereitzustellen, so dass die Reaktion starten kann.

Zündgemisch:



Reaktionsgleichung:



Wie du siehst, sind alle Ausgangsstoffe fest. Solche Festkörperreaktionen sind problematisch, weil die reagierenden Teilchen sich nicht gut bewegen können – anders als bei einer Reaktion von Flüssigkeiten, Lösungen oder Gasen. Damit die Reaktion gut ablaufen kann, müssen also die Ausgangsstoffe im Voraus sehr gut miteinander vermischt werden! Und dann kommt es noch auf eine gute Schichtung im Reaktionstiegel an. Aber das erledigen wir schon.

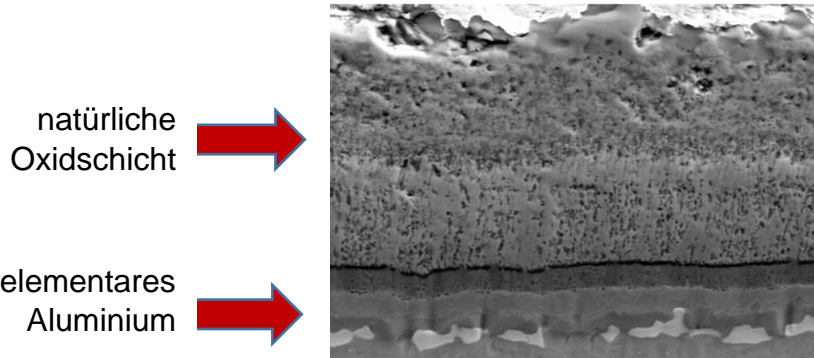
Damit wir uns zum Reaktionsstart rechtzeitig in Sicherheit bringen können, nutzen wir eine Zündschnur aus Magnesiumband. Möglicherweise habt ihr schon einmal im Unterricht gesehen, wie Magnesium brennt – eine sehr helle, weiße Flamme. Auch im Zündgemisch spielt Magnesium eine zentrale Rolle. Um dich und deine Augen zu schützen gilt also:

Achtung: Nicht direkt in die Flamme schauen!

Einleitung:

Eloxalverfahren

Durch eine geschlossene Oxidschicht schützt sich Aluminium vor Korrosion („Rosten“).



Die natürliche Oxidschicht von Aluminium ist nur ca. 5-10 nm dünn. Aluminium oxidiert von selbst an der Luft und bildet diese Schicht. Sie kann mit dem sogenannten **Eloxalverfahren** deutlich verstärkt werden, und bietet so einen noch höheren Schutz vor Korrosion.

Die **elektrolytische Oxidation des Aluminiums (eOxAl)**, ermöglicht außerdem, Farbstoffe in die Oberfläche des Aluminiums einzulagern und es so zu färben: In der Oxidschicht entstehen Poren, in die Farbstoffmoleküle wie in einen Schwamm eingesaugt werden können.

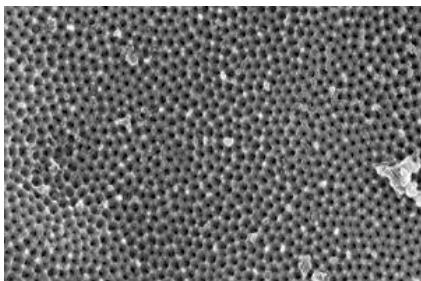


Abbildung: Künstliche Oxidschicht; Kleine Poren, in denen sich Farbstoffmoleküle einlagern können, sind neben der deutlich dickeren Oxidschicht ein Ergebnis des Eloxalverfahrens.

Anmerkungen zum Versuch:

Je Schüler/in wird die Unterseite eines Aluminiumdöschens eloxiert und anschließend gefärbt.










Zwei Zweiergruppen teilen sich dabei einen Aufbau des Versuchs und eine Spannungsquelle.

Alle Geräte und Chemikalien die hierfür gebraucht werden befinden sich unter je einem Abzug.

Versuch 2.1: Eloxalverfahren

Beizen und Dekapieren (Schritt 1 von 3)

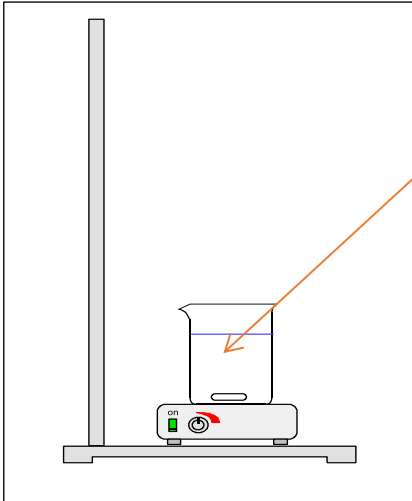
Chemikalien: Natronlauge 2 M (NaOH), Salpetersäure 3,6 M (HNO₃)

Gefahrstoffe				
Name	H-und P-Sätze	GHS-Symbol		
Natronlauge 2 M NaOH	Gefahrenhinweise H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden Sicherheitshinweise - Prävention P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. Sicherheitshinweise - Reaktion P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen]. P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.	 (Gefahr)		
Salpetersäure 3,6 M HNO ₃	Gefahrenhinweise H-Sätze: H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. Sicherheitshinweise P-Sätze: P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen. P303+P361 BEI KONTAKT MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle +P353 beschmutzten, getränkten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen. P305+P351 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang +P338 behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.	 (Gefahr)		
Alizarin S	-	-		
Naphtholgrün B	-	-		
Naphtholblauschwarz B	Gefahrenhinweise H315 - Verursacht Hautreizungen H319 - Verursacht schwere Augenreizung H335 - Kann die Atemwege reizen Sicherheitshinweise P261 - Einatmen von Staub/ Rauch/ Gas/ Nebel/ Dampf/ Aerosol vermeiden P280 - Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen P302 + P352 - BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen P305 + P351 + P338 - BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen	 (Gefahr)		
Gelborange S	Gefahrenhinweise H317 Kann allergische Hautreaktionen verursachen H334 Kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome oder Atembeschwerden verursachen Sicherheitshinweise - Prävention P261 Einatmen von Staub vermeiden. P280 Schutzhandschuhe tragen. Sicherheitshinweise - Reaktion P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.	 (Gefahr)		
Schutzmaßnahmen				
				
Schutzbrille	Schutzhandschuhe	Belüftung	Abzug	Brandschutz

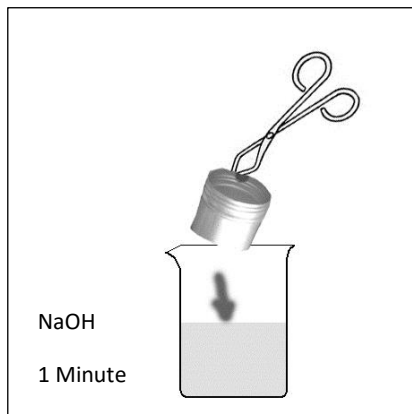
Aluminium & Eloxalverfahren

Material: drei Bechergläser (400 mL), Magnetrührer, Rührfisch, Thermometer, Stativ mit Klemme, Tiegelzange, Unterteil des Aluminiumdöschens

Durchführung Beizen: Durch das Beizen wird das Aluminium gereinigt und von seiner natürlichen Oxidschicht befreit.



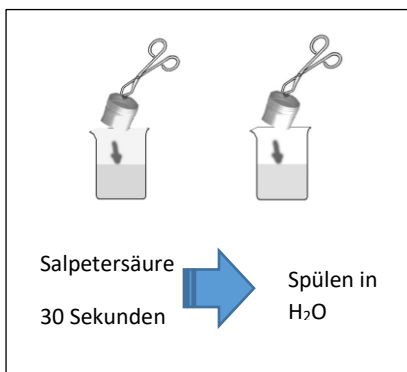
- **Wir stellen euch in einem Becherglas ca. 250 mL Natronlauge (NaOH) mit einer Temperatur von etwa 60°C bereit.**
- Das Becherglas steht auf einem Magnetrührer und enthält einen **Rührfisch**. Die **Rührfunktion** ist auf „mittel“ eingestellt.
- Überprüfe mit einem Thermometer die Temperatur.
- Erhitze, wenn nötig, die Natronlauge noch einmal auf **60°C**. (Toleranz: +3°C).



- **Arbeite unter dem Abzug.**
- Halte das Unterteil des Aluminiumdöschens mit der **Tiegelzange** fest und tauche es für **1 Minute** in die heiße Natronlauge.
- Die Oxidschicht des Aluminiums löst sich und es zeigt sich eine sehr lebhaft Gasentwicklung.
- Bei der Zersetzung entsteht Wasserstoff.

Durchführung Dekapieren: Die durch das Beizen gelöste Metallreste auf der Aluminiumoberfläche werden nun im Salpetersäurebad entfernt. Dabei werden auch Laugenreste (von der NaOH) neutralisiert.

Außerdem bildet sich eine neue, sehr dünne Oxidschicht, die im Folgenden als Grundschicht dient.



- Befülle ein Becherglas mit ca. 250 mL **Salpetersäure** (HNO₃). Befülle ein zweites Becherglas mit ca. 250 mL Wasser.
- **Überprüfe ob alle Bechergläser richtig beschriftet sind!**
- Tauche das Dosenunterteil nun mit der Tiegelzange für **30 Sekunden** in das Salpetersäurebad.

Versuch 2.2: Eloxalverfahren

Eloxieren (Schritt 2 von 3)

Allgemeines: Durch die Einwirkung der Gleichspannung wird das Aluminium an der Anode („Plus-Pol“ zu Aluminium(III)-Ionen oxidiert und reagiert anschließend mit Wasser zu Aluminium(III)-oxid weiter. An der Kathode („Minus-Pol“) reagieren in der Säure enthaltene Oxonium-Ionen (H_3O^+) zu Wasserstoff und Wasser (Reduktion). Wasserstoff steigt in Form von Gasblasen auf.

Anode (+-Pol): $1) 2 \text{ Al} \rightarrow 2 \text{ Al}^{3+} + 6 \text{ e}^-$ **(Oxidation)**

$2) 2 \text{ Al}^{3+} + 9 \text{ H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 6 \text{ H}_3\text{O}^+$

Kathode (--Pol) $6 \text{ H}_3\text{O}^+ + 6 \text{ e}^- \rightarrow 3 \text{ H}_2 + 6 \text{ H}_2\text{O}$ **(Reduktion)**

Brutto: $2 \text{ Al} + 3 \text{ H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \text{ H}_2$

Auf diese Weise bildet sich zuerst eine dichte Grund- bzw. Sperrschicht. Da Aluminiumoxid keinen Strom leitet, steigt der elektrische Widerstand der Anode und somit die benötigte Spannung stark an. Die Oxidschicht wird an Stellen, die aufgrund des niedrigen pH-Wertes des Elektrolyten bereits verstärkt angegriffen sind, mittels der erhöhten Spannung (bis zu 15V) durchschlagen, so dass es an einzelnen Stellen wieder zu einem Stromfluss kommt. Dort heizt sich die Anode auf, sodass sich das Aluminiumoxid in der direkten Umgebung löst. Um die Durchschlagstelle herum bildet sich jedoch im Zuge der oben beschriebenen Reaktion weiteres Aluminiumoxid, sodass eine immer dickere Oxidschicht gebildet wird, die nur von einzelnen Kanälen durchbrochen wird, durch die immer weiter Strom fließen kann. So bildet sich mit der Zeit eine poröse Schicht.

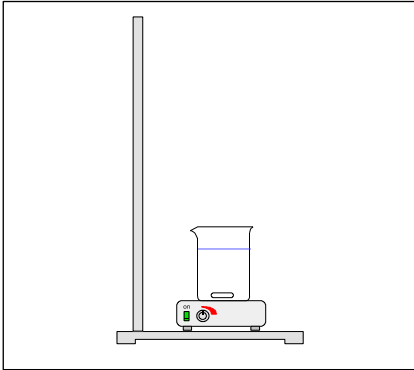
Material: Becherglas (400mL), Magnetrührer, Rührfisch, Stativ und Stativklemmen, Spannungsquelle, Kabel mit Krokodilklemmen, vorbereitete untere Hälfte des Aluminiumdöschens, ein Aluminiumblech, Holzklammer

Chemikalien: vorbereitetes Eloxalbad (200 g / L Schwefelsäure, 25 g / L Aluminiumsulfat krist. ($(\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{ H}_2\text{O})$))



- Zwei Zweiergruppen teilen sich eine Gleichspannungsquelle.
- Auf jeder Seite arbeitet eine Gruppe. So wie auf dem Bild sieht der Aufbau am Ende aus.
- Die schrittweise Anleitung für jede Zweiergruppe beginnt auf der nächsten Seite.

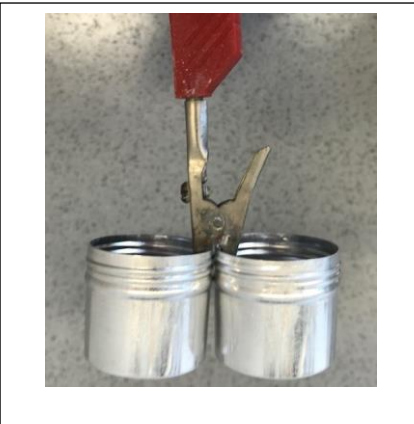
Aluminium & Eloxalverfahren



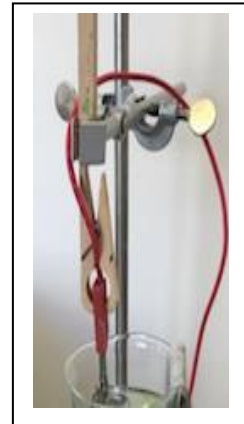
- Stelle einen Magnetrührer auf den Fuß eines Stativs.
- Befülle ein Becherglas mit ca. **300 mL des Eloxalbad**s und **beschrifte es**.
- Gib noch einen Rührfisch in das Becherglas.



- Hänge ein Aluminiumblech mit der langen Seite in das Becherglas mit dem Eloxalbad.
- Befestige von außen eine Krokodilklemme.
- Stecke ein Kabel auf die Klemme und verbinde es mit der Spannungsquelle.
- Das Blech ist die Kathode – verbinde sie deshalb mit **dem Minuspol**.






- Klammere die Döschen oben am Gewinde mit einer weiteren Krokodilklemme und stecke ein Kabel auf (links).
- Klemme mit einer Holzklammer das Anschlussstück des Kabels fest und befestige es am Stativ (rechts).



- Hänge die Aluminiumdöschen mit der Holzklammer von oben in das Eloxalbad.
- **Achte dabei unbedingt darauf, dass das Gewinde mit der Krokodilklemme selbst nicht in das Eloxalbad eintaucht bzw. die Döschen nicht mit Flüssigkeit volllaufen!**
- **Berührt die Krokodilklemme während des Eloxierens die Lösung, dann zersetzt sie sich.**
- Tauche die Aluminiumdöschen möglichst gerade ein. Eloxiert wird nur dort, wo das Metall Kontakt zum Eloxalbad hat.

Aluminium & Eloxalverfahren

Die Spannungsquelle an den Strom anschließen. Die zwei Zweiergruppen teilen sich eine Spannungsquelle. Danach mit den Versuchsaufbauten verbinden.

	<ul style="list-style-type: none"> • Schließt die Aluminiumbleche der ersten und zweiten Zweiergruppe an den Minuspol an. • Die Kabel lassen sich dafür ineinanderstecken. Auf dem Bild links ist dies gut zu erkennen: Das schwarze Kabel gehört der ersten Gruppe, das darauf steckende grüne Kabel der zweiten Gruppe. • Schließt die Aluminiumdöschen an dem Pluspol der Spannungsquelle an. • Auch hier werden durch übereinander stecken der Anschlüsse die Döschen der zweiten Gruppe an den Pluspol angeschlossen.
	<ul style="list-style-type: none"> • Überprüfe nochmals alle Kabel und gehe sicher, dass die Krokodilklemmen nicht in die Eloxallösung eintauchen bzw. die Döschen nicht mit Flüssigkeit vollgelaufen sind. • Schalte die Spannungsquelle mit dem Kippschalter an. • Drehe den Stromstärke-Regler „CURR.“ ganz auf (nach rechts). • Der Spannungs-Regler „Volt“ steht ganz links. • Schalte den Druckknopf auf „ON“.
	<ul style="list-style-type: none"> • Starte die Stoppuhr. • Drehe den Spannungs-Regler „VOLT.“ langsam auf, bis mindestens 10 und höchstens 15 Volt erreicht sind. • Dabei sollte der ablesbare Wert für die Stromstärke 2 Ampere nicht dauerhaft überschreiten. • Die Stromstärke steigt im Verlauf langsam an. Wird sie zu groß, sollte die Spannung nach unten korrigiert werden, jedoch nicht unter 10 Volt.

Notiere deine Beobachtungen:

.....

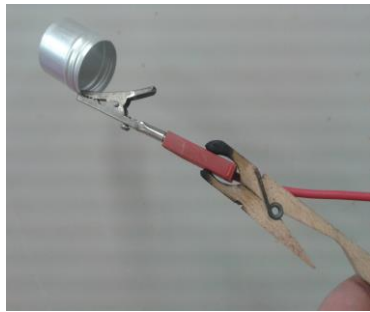
.....

.....

Die Aluminiumdöschen werden nun eloxiert. Die Spannung sollte **30 Minuten** angelegt bleiben (Zeit messen!). In dieser Zeit treffen wir uns im Seminarraum.

Versuch 2.3: Eloxalverfahren

Färben (Schritt 3 von 3)



- Schalte die Stromquelle **aus** und **ziehe den Stecker**.
- Ziehe das Aluminiumdöschen mit Hilfe der **Holzklammer aus dem Eloxalbad** und **löse die Krokodilklemme**.
- **Achtung, berühre die Aluminiumdöschen nicht mit den Händen, sondern nimm eine Tiegelzange zur Hilfe.**
- Spüle das Aluminiumdöschen gut mit **Wasser**.



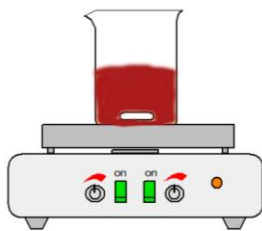
- Um die Aluminiumdöschen zu färben, stehen **verschiedene Farblösungen** zur Verfügung, die wir in großen Bechergläsern bei etwa 60°C bereitstellen z.B.:

Alizarin S (rot)

Naphtholgrün B (grün)

Naphtholblauschwarz B (blau)

Gelborange (orange)



- Halte deine Dose mit der Tiegelzange in die Farblösung deiner Wahl.
- Kontrolliere immer wieder, ob dir der Farbton schon intensiv genug ist. Wenn nicht, tauche die Dose wieder unter, bis der gewünschte Farbton erreicht ist.
- Rot und Grün brauchen etwas länger als Blau und Orange.
- Spüle anschließend die Dose gut mit Wasser.



- Wenn du eine **blaue** Dose haben willst, tauche die Dose mit der Tiegelzange in die blaue Lösung **und kontrollier nach etwa 5 Sekunden zum ersten Mal**, ob der gewünschte Farbton erreicht ist. Der Blaufarbton färbt schnell und ist sehr intensiv.
- Spüle dann sehr gewissenhaft mit Wasser. Hierbei hellt sich der Farbton nur ganz leicht auf.







Versuch 3:

Aluminiumnachweis in Deodorant

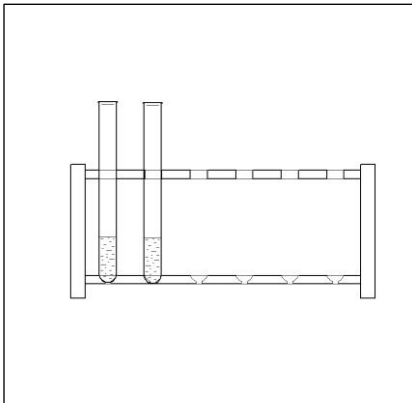
Allgemeines: Wir haben bislang Versuche mit dem Metall Aluminium gemacht. Wie ihr schon gehört habt, muss man das von den Verbindungen des Aluminiums unterscheiden. Eine Verbindung betrachten wir im nächsten Versuch: das Salz Aluminiumhydroxychlorid. Es wird in vielen Deodorants eingesetzt, um die Schweißbildung zu vermindern. Da nicht geklärt ist, wie sich das auf die Gesundheit auswirkt, stehen diese Deos zurzeit in der Kritik. Wir wollen in ein paar Deodorants Aluminiumsalze nachweisen – sollten sie denn vorhanden sein. Findet es heraus!

Materialien: 2 Reagenzgläser, Reagenzglasständer, Tropfpipetten, 2 Deodorants

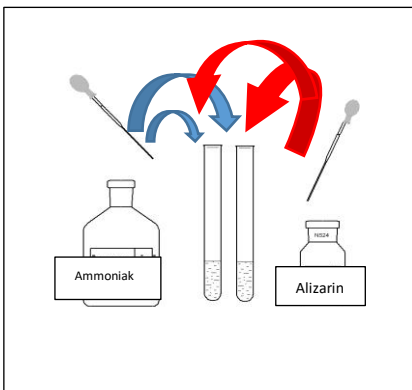
Chemikalien: Alizarin S Lösung, Ammoniak 25%ig (unter dem Abzug arbeiten)

Gefahrstoffe				
Name	H-und P-Sätze			GHS-Symbol
Alizarin S	-			-
Ammoniak (25%)	<p>H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. P280: Schutzhandschuhe/ Schutzbekleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen H335 Kann die Atemwege reizen. H400 Sehr giftig für Wasserorganismen. P260: Dampf/Aerosol/Nebel nicht einatmen. P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden. P280: Schutzhandschuhe/Schutzbekleidung/ Augenschutz tragen. P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p>			 (Gefahr)
Schutzmaßnahmen				
				
Schutzbrille	Schutzhandschuhe	Belüftung	Abzug	Brandschutz

Aluminium & Eloxalverfahren



- Sprühe in **zwei Reagenzgläser** jeweils ein Deo.
- Beschrifte die Reagenzgläser mit dem Namen des verwendeten Deos.
- **Achtung! Sprühe nicht auf die Hände.** Deos können schwere Erfrierungen verursachen, da das Schmerzempfinden betäubt wird! Auch die Reagenzgläser werden sehr kalt!
- Fülle dann mit **Wasser** etwa auf das 10-fache Volumen auf.



- Gib mit der **Tropfpipette unter dem Abzug** einige Tropfen **Ammoniak** in beide Reagenzgläser.
- Gib danach mit der **Tropfpipette einige Tropfen der Alizarin S** Lösung in beide Reagenzgläser.
- Der Test auf Aluminium-Salze ist **positiv**, wenn ein **hellroter Nebel** erscheint, er ist **negativ bei einer violetten Lösung**.

Notiere deine Beobachtungen:

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Versuch 4:

Erzeugen eines Silberspiegels in einer Glas-Flasche

Hinweis: Bei dem Versuch wird Silbernitrat benötigt. Silbernitrat hinterlässt schwarze Flecken auf Haut und Textilien und die gehen nicht so einfach wieder weg! (auf der Haut in 2-3 Tagen; auf den Textilien nie! Zur Entfernung von Silberflecken auf säurefesten Oberflächen kann unter Einhaltung der Sicherheitsbestimmungen konz. Salpetersäure zum Einsatz kommen.)

Chemikalien:


Die Lösungen **A**, **B** und **C** sowie konzentriertes **Ammoniak** stehen bereit:

Lösung A: 50 g Silbernitrat in 2 Liter Wasser lösen (möglichst in einer braunen Schliffflasche im Dunkeln aufbewahren).







Lösung B: 90 g Kaliumhydroxid in 2 Liter Wasser lösen (Aufbewahrung in einer Flasche mit Gummistopfen oder Schraubdeckel).


Lösung C: die sog. „Aktivierungslösung“ wird aus zwei Teillösungen hergestellt, welche man jede für sich ansetzt und später zusammengibt!

1. 80 g Traubenzucker (Glucose) in 800 ml Wasser lösen
2. 100 ml 96%igen Ethanol und 3,5 ml konzentrierte Salpetersäure (D=1,42 g/ml) - Lösung C sollte vor Gebrauch mindestens einen Tag alt sein.

Gefahrstoffe		
Name	H-und P-Sätze	GHS-Symbol
Ammoniak (25%)	<p>H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.</p> <p>H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.</p> <p>P280: Schutzhandschuhe/ Schutzbekleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutztragen</p> <p>H335 Kann die Atemwege reizen.</p> <p>H400 Sehr giftig für Wasserorganismen.</p> <p>P260: Dampf/Aerosol/Nebel nicht einatmen.</p> <p>P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.</p> <p>P280: Schutzhandschuhe/Schutzbekleidung/ Augenschutz tragen.</p> <p>P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.</p> <p>P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.</p> <p>P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p>	 (Gefahr)

Aluminium & Eloxalverfahren

<p>Silbernitrat (25g/L)</p>	<p>H272: Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel. H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung. P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen. P220: Von Kleidung und anderen brennbaren Materialien fernhalten. P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen. P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P370+P378: Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand zum Löschen verwenden. P308+P310: BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.</p>	<div style="text-align: center;">   (Achtung) </div>
<p>Kaliumhydroxid-Lösung (45 g/L)</p>	<p>H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P308+P310: BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.</p>	<div style="text-align: center;">  (Gefahr) </div>
Schutzmaßnahmen		
 Schutzbrille	 Schutzhandschuhe	 Brandschutz

	<p><u>Entsorgung:</u></p> <p>Alle Flüssigkeiten vom Versilbern sowie das Spülwasser (2x) werden in dem Ag-Abfallkanister entsorgt.</p> <p>Feststoffe und Saugpapier werden in den Feststoffabfall entsorgt.</p>
---	--

Geräte:

300 mL Erlenmeyerkolben, Rührstäbchen, kleiner Magnetrührer, Glas-Flaschen (0,2 Liter), Pasteur-Pipette, 5 mL Eppendorf-pipette; Gummistopfen, Handschuh

Aluminium & Eloxalverfahren

Anleitung: (für 4 Flaschen):

- 1 Reinige zuerst die Flasche gut und spüle sie mit destilliertem Wasser aus.
- 2 Lege in einem 300mL-Erlenmeyerkolben **60 mL von Lösung A** (AgNO_3) vor.
(Verwende zum Abmessen den großen Messzylinder).
- 3 Rühre auf dem Magnetrührer und gib mit der Pasteur-Pipette tropfenweise konzentriertes **Ammoniak** zu, bis der zunächst gebildete Niederschlag gerade wieder völlig verschwindet.
- 4 Gib nun unter Rühren **30 mL von Lösung B** (KOH) zu. (Verwende den kleinen Messzylinder). Dies ergibt eine dunkelbraune, fast schwarze Fällung.
- 5 Nun gib wieder so viel konzentrierten Ammoniak zu (Pasteur-Pipette), bis der Niederschlag gerade eben verschwindet. Eine geringe Überdosierung von Ammoniak verzögert nur das Entstehen des Silberspiegels, ist aber nicht schädlich. Die so erhaltene Lösung kann sofort verwendet werden, kann aber auch bis zu einer Stunde stehen.
- 6 Fülle von dieser Lösung je 20 mL (4 x 5 mL verwende hierfür die Lila Eppendorf-Pipette) in die Flaschen.
- 7 Halte einen Gummistopfen bereit, um die Flasche verschließen zu können. Gib nun in die Flasche **2 mL der Lösung C** (Traubenzucker bzw. Glucose) zu. Benutze dazu wieder die 5 mL lila Eppendorf-Pipette mit einer neuen Spitze. Diese Lösung darf nicht aufgehoben werden! (Es setzt sich sonst ein explosiver Niederschlag von so genanntem Knallsilber ab, siehe weiter unten).

Verspiegeln:

- 8 **Ziehe Handschuhe an!** Verschließe die Flasche schnell mit einem Gummistopfen. Greife die Flasche sicher mit der Hand und **halte den Gummistopfen immer mit einem Finger fest**. Halte die Flasche waagrecht, **die Öffnung zeigt in Richtung Labortisch**. Schüttle die Flasche und drehe sie ständig in der Hand, damit die Flüssigkeit alle Stellen der Flascheninnenseite gut benetzt. Der Fällungsvorgang beginnt sofort! Dauer ca. 5 Minuten, je nach Gegebenheiten (Temperatur, Ammoniakmenge).
- 9 Sammele den Rest des Flascheninhalts im Ag-Abfall und spüle nach dem Ausfällen die Flasche mit destilliertem Wasser. Gib auch das Spülwasser von den ersten beiden Spülgängen in den Ag-Abfallbehälter.

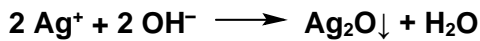
Aluminium & Eloxalverfahren

Hintergrund:

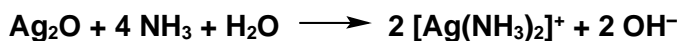
Silbernitrat zerfällt in wässriger Lösung vollständig in seine Ionen.



Ammoniak-Lösung reagiert alkalisch, so dass die Silberionen mit den Hydroxidionen Silberoxid bilden, was schwer löslich ist und als dunkler Niederschlag ausfällt.



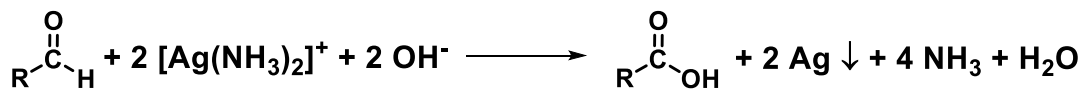
Dieser Niederschlag kann dann mit weiterer Ammoniak-Lösung in einen Silberdiammin-Komplex überführt werden, der wiederum in Lösung geht.



Die zugegebene Glucose reduziert anschließend die Ionen zu metallischem Silber, das sich an der Innenwand des Glasgefäßes absetzen kann. Die Glucose selbst wird zur Gluconsäure oxidiert.

Diese hergestellte Mischung aus Ammoniak-Lösung, Kaliumhydroxid und Silbernitrat wird auch als **Tollens-Reagenz** bezeichnet. Es dient allgemein dazu, reduzierend wirkende Aldehyde zur entsprechenden Carbonsäure zu oxidieren und damit indirekt mit dem Silberspiegel nachzuweisen.

Allgemeine Gesamtreaktion:

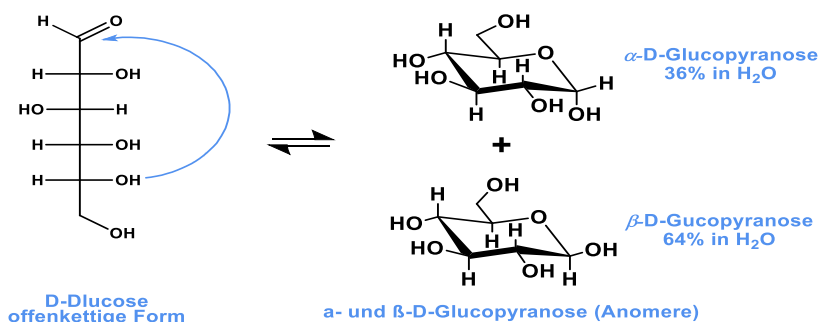
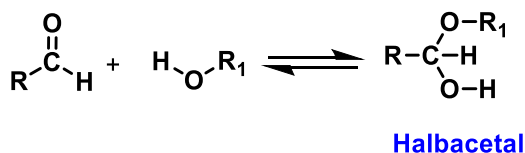


Aldehyd

Carbonsäure

Mechanismus der Oxidation:

Ein Halbacetal entsteht durch die Reaktion eines Aldehyds mit einem Alkohol.



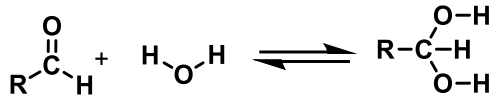
Traubenzucker liegt in wässriger Lösung zu über 99 % als cyclisches Halbacetal vor.

Aluminium & Eloxalverfahren

In Gegenwart einer Säure wird

- 1.) das Gleichgewicht zum cyclischen Halbacetal nach links verschoben und
- 2.) die Geschwindigkeit der Gleichgewichtseinstellung erhöht (H⁺-Katalyse).

In wässriger Lösung ist ein weiteres Gleichgewicht zu beachten:



Aldehyd

Hydrat

Die Redoxreaktion mit den Silberionen ist am wahrscheinlichsten zwischen dem Hydrat R-CH(OH)₂ und Ag⁺. Das Silberion bildet mit dem R-CH(OH)₂ einen Komplex, in dem das Elektron auf das Silberion übertragen wird.

Warum scheidet sich das Silber an der Wand ab? Warum fällt es nicht wie jeder andere Niederschlag auf den Boden des Glases?

Das Glas besteht aus Silikaten. In den Silikaten sind die Siliciumatome über Sauerstoffbrücken miteinander verbunden. Die Siliciumatome, die an der Oberfläche des Glases liegen sind mit OH-Gruppen abgesättigt. Diese OH-Gruppen sind in der Lage, Silberionen an sich zu binden. D.h. die Oberfläche ist „unsichtbar“ mit Ag⁺-Ionen bedeckt.

Der Traubenzucker (das Hydrat des Aldehyds, R-CH(OH)₂), koordiniert von der anderen Seite an das an der Oberfläche sitzende Ag⁺-Ion und überträgt das Elektron. Dadurch wird das Silberion an der Oberfläche zu metallischem Silber reduziert. Das Silber bleibt dann da, wo es ist, nämlich an der Oberfläche.

Die weiteren Atome wachsen dann an der Oberfläche weiter, bis eine dichte, metallisch glänzende Schicht entstanden ist.

