

## Protokoll

# Darstellung von Metallhalogeniden aus den Elementen

Richard Möhn

Florian Noack

Januar 2011

### Inhaltsverzeichnis

<b>Vorbetrachtung</b>	<b>1</b>
<b>Durchführung</b>	<b>3</b>
<b>Auswertung</b>	<b>11</b>
<b>Literatur</b>	<b>12</b>

### Vorbetrachtung

Bei den durchzuführenden Experimenten sollen Metalle mit Halogenen, genauer Natrium mit Chlor und Magnesium und Aluminium mit Iod umgesetzt werden. Ziel ist es nicht, Metallhalogenide zu synthetisieren, sondern die Intensität der Reaktionen zu demonstrieren.

Nun weiß man ja, dass Natrium ein sehr reaktives Element ist. – Man denke nur an sein Verhalten mit Wasser. Magnesium ist bekannt als ein Metall, das brennt und dabei äußerst hell leuchtet. Aluminium hingegen kennt man als völlig unbedenklichen Alltagswerkstoff. Diese Unbedenklichkeit kehrt sich aber sofort ins Gegenteil, wenn man nicht mehr das kompakte Metall, sondern das Pulver betrachtet: Feinverteiltes Aluminium kann sich spontan an der Luft

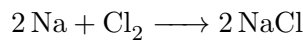


This work is licensed under the Creative Commons Attribution 3.0 Unported License. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/3.0/> or send a letter to Creative Commons, 444 Castro Street, Suite 900, Mountain View, California, 94041, USA.

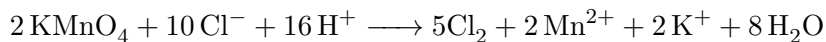
entzünden und reagiert mit Wasser unter Wasserstoffentwicklung. Um das zu verhindern, muss es phlegmatisiert werden.<sup>[1]</sup>

Neben ihrer Reaktivität ist den drei Metallen gemein, dass sie an der Luft eine Kruste bilden. Bei Aluminium und Magnesium besteht diese aus dem jeweiligen Metalloxid und schützt die eigentlich sehr oxophilen Elemente vor weiterer Oxidation durch Luftsauerstoff (Passivierung). Natrium reagiert mit trockener Luft nicht, bildet aber eine Hydroxidkruste, sobald Wasserdampf anwesend ist.<sup>[2, S. 1164]</sup>

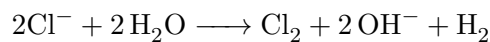
Von noch größerer Reaktivität als die genannten Metalle ist Chlor. Es reagiert mit fast allen Elementen schon bei niedrigen Temperaturen. So verbindet es sich unter Feuererscheinung mit heißem Natrium zu Natriumchlorid:



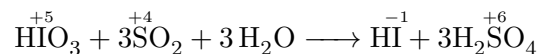
Die Standardreaktionsenthalpie dieser Reaktion beträgt  $-822 \text{ kJ/mol}$ . (Zum Vergleich: Die Standardreaktionsenthalpie der Reaktion  $\text{C} + \text{O}_2 \longrightarrow \text{CO}_2$  beträgt  $-393 \text{ kJ/mol}$ .)<sup>[3, 117f.]</sup> Das benötigte Chlorgas wird im Labor erhalten, indem man Kaliumpermanganat mit konzentrierter Salzsäure umsetzt:



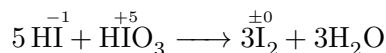
Dieses Verfahren ist natürlich nicht praktikabel, wenn man Chlor in industriellen Mengen benötigt. Deshalb stellt man es technisch durch Elektrolysieren von Natriumchloridlösung her. An der Anode werden Chlorid-Ionen oxidiert, an der Kathode entstehen durch Reduktion aus Wasser Hydroxid-Ionen und Wasserstoff:<sup>[4, S. 403]</sup>



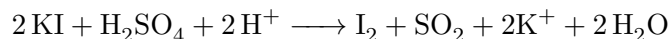
Das für die Reaktion mit Aluminium und Magnesium benötigte Iod gewinnt man hauptsächlich aus dem im Chilesalpeter enthaltenen Natriumiodat. Dazu leitet man in die nach der Kristallisation des Natriumnitrats überstehende Lösung Schwefeldioxid ein und reduziert so Iodat zu Iodid:



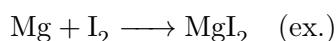
Das Iodid synproportioniert dann mit noch vorhandenem Iodat zu Iod:<sup>[4, 403f.]</sup>



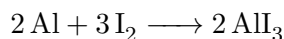
Im Labor kann es auch hergestellt werden, indem man Kaliumiodid mit konzentrierter Schwefelsäure oxidiert:



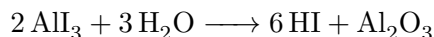
Für unsere Versuche verwenden wir allerdings industriell hergestelltes festes Iod. Dieses setzt sich mit Magnesium zu Magnesiumiodid um:



Mit Aluminium erfolgt Reaktion zu Aluminiumiodid:



Obwohl Iod deutlich weniger reaktionsfreudig als Chlor ist, läuft diese Reaktion ebenfalls schon bei Raumtemperatur ab, nachdem man sie mit einigen Tropfen Wasser auf die Mischung von Iod- und Aluminiumpulver gestartet hat. Auch sie ist stark exotherm: Die Reaktionsenthalpie beträgt  $-620 \text{ kJ/mol}$ .<sup>[2, S. 1065]</sup> Löst man das Aluminiumiodid anschließend in Wasser, hydrolysiert es unter starker Wärmeentwicklung zu Aluminiumoxid und Iodwasserstoff:<sup>[5]</sup>



## Durchführung

### Natrium und Chlor

**Versuchsvorschrift** Man arbeitet unter dem Abzug. In einen mit wenig Kaliumpermanganat beschickten Schlenkkolben tropft man langsam 30 ml konzentrierte Salzsäure. Das entstehende Chlorgas wird über einen PVC-Schlauch in einen mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossenen Standzylinder geleitet. Von diesem geht ein weiterer PVC-Schlauch in eine mit 6 M Natronlauge gefüllte Gaswaschflasche, an die ein dritter PVC-Schlauch angeschlossen

ist, der in die Absaugung des Abzugs führt. Statt des Standzylinders kann man auch eine zweite Gaswaschflasche verwenden.

Sobald der Standzylinder mit dem grünlichen Chlorgas gefüllt ist, schmilzt man in einem Reagenzglas ein kleines Stück Natrium und stellt es hinein. (Versuchsaufbau siehe Abbildung 1.)

Nach erfolgter Reaktion öffnet man alle Gefäße und lässt das Chlorgas über Nacht abziehen. Danach zerstört man restliches Kaliumpermanganat und entstandenes Hypochlorit im Schlenkkolben mit 30%iger Wasserstoffperoxidlösung und konzentrierter Salzsäure. Die Natronlauge wird zur Beseitigung des Hypochlorits mit Natriumsulfit versetzt und in den Ausguss gespült.

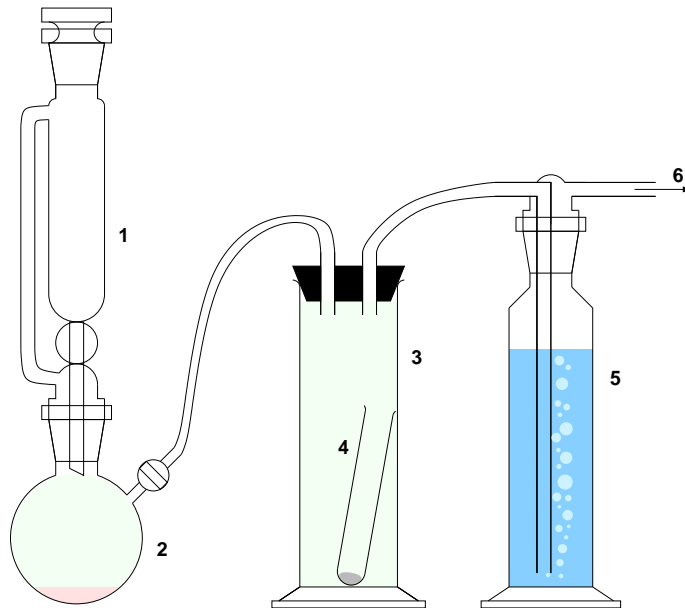
Das Reagenzglas mit dem Natriumchlorid wird in eine wassergefüllte Metallschale gelegt, damit verbliebenes Natrium abreagieren kann. Man Sorge dafür, dass keine entflammaren Gegenstände oder Lösungen herumliegen und dass die Öffnung des Reagenzglases unter Wasser leicht nach oben zeigt! Der entstehende Wasserstoff kann sonst nicht entweichen und entzündet sich bei den auftretenden Temperaturen. Wenn die Reagenzglasöffnung aus dem Wasser ragt, kann das Natrium nur auf einer kleinen Fläche reagieren. Auch hier führt starke lokale Wärmeentwicklung zu Entzündung des Metalls und Verpuffung des Wasserstoffs.

#### **Chemikalien:**

- Natrium
- Salzsäure mindestens 25 %
- Kaliumpermanganat
- Natronlauge 6 M
- Wasserstoffperoxidlösung 30 %

#### **Geräte:**

- Tropftrichter mit Druckausgleich
- Schlenkkolben
- Standzylinder mit doppelt durchbohrtem Stopfen und zwei Glasröhrchen oder Gaswaschflasche
- Reagenzglas
- Gasbrenner



**Abbildung 1:** Versuchsaufbau Natrium und Chlor: 1 – Tropftrichter für Salzsäure, 2 – Schlenkcolben für Kaliumpermanganat/Salzsäure, 3 – Standzylinder, mit Chlor gefüllt, 4 – Reagenzglas mit geschmolzenem Natrium, 5 – Waschflasche mit 6 M Natronlauge, 6 – zur Absaugung

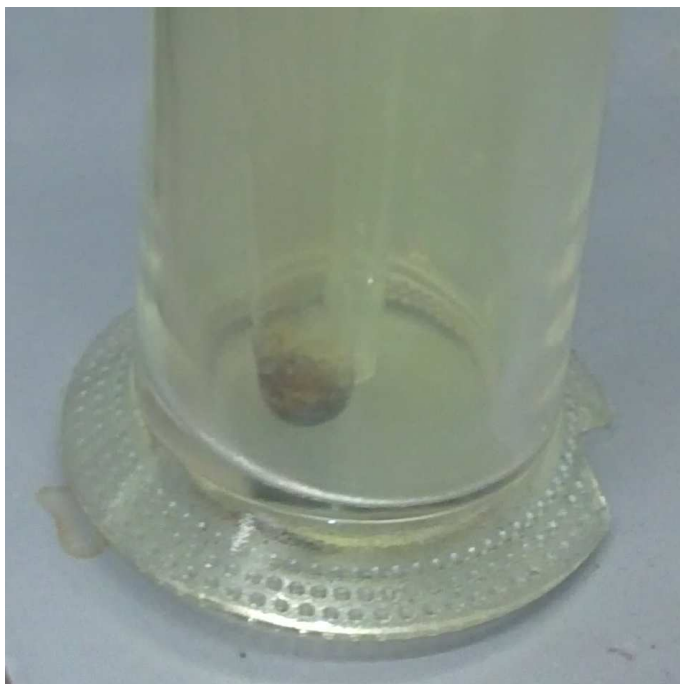
- Gaswaschflasche
- Schliffstopfen
- PVC-Schläuche

**Beobachtungen** Das Natrium schmolz schon bei geringem Erwärmen. Die Reaktion mit dem Chlor begann verzögert und verlief wenig spektakulär: Es bildete sich ein wenig Rauch; man konnte eine am Boden des Reagenzglases verteilte weißlich-graue Masse erkennen. Abbildung 2 zeigt das Reaktionsprodukt.

Als wir schließlich das Reagenzglas in Wasser gaben, stieg ein erhebliches Stück Natrium auf und reagierte wild.

## Magnesium und Iod

**Versuchsvorschrift** Man arbeitet unter dem Abzug. Man plaziert einige Kristalle Iod am Ende und eine Spatelspitze Magnesiumpulver in der Mitte eines waagrecht eingespannten Reagenzglases. Die Öffnung verstopft man mit Glas-



**Abbildung 2:** Natrium und Chlor – Reagenzglas mit Reaktionsprodukt in chlorgefüllter Waschflasche

wolle. Dann verdampft man zuerst das Iod und erhitzt anschließend das Magnesium mit dem Gasbrenner. (Versuchsaufbau siehe Abbildung 3.)

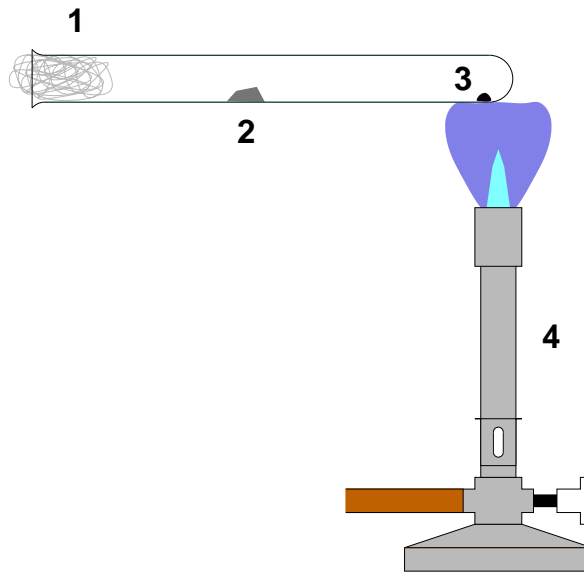
Nach Abkühlen des Reagenzglases reduziert man restliches Iod mit Natriumsulfitlösung zu Iodid und löst übriges Magnesium in Salzsäure.

**Chemikalien:**

- Iod
- Magnesiumpulver
- verdünnte Salzsäure
- Natriumsulfitlösung

**Geräte:**

- Reagenzglas
- Glaswolle
- Gasbrenner
- Stativmaterial



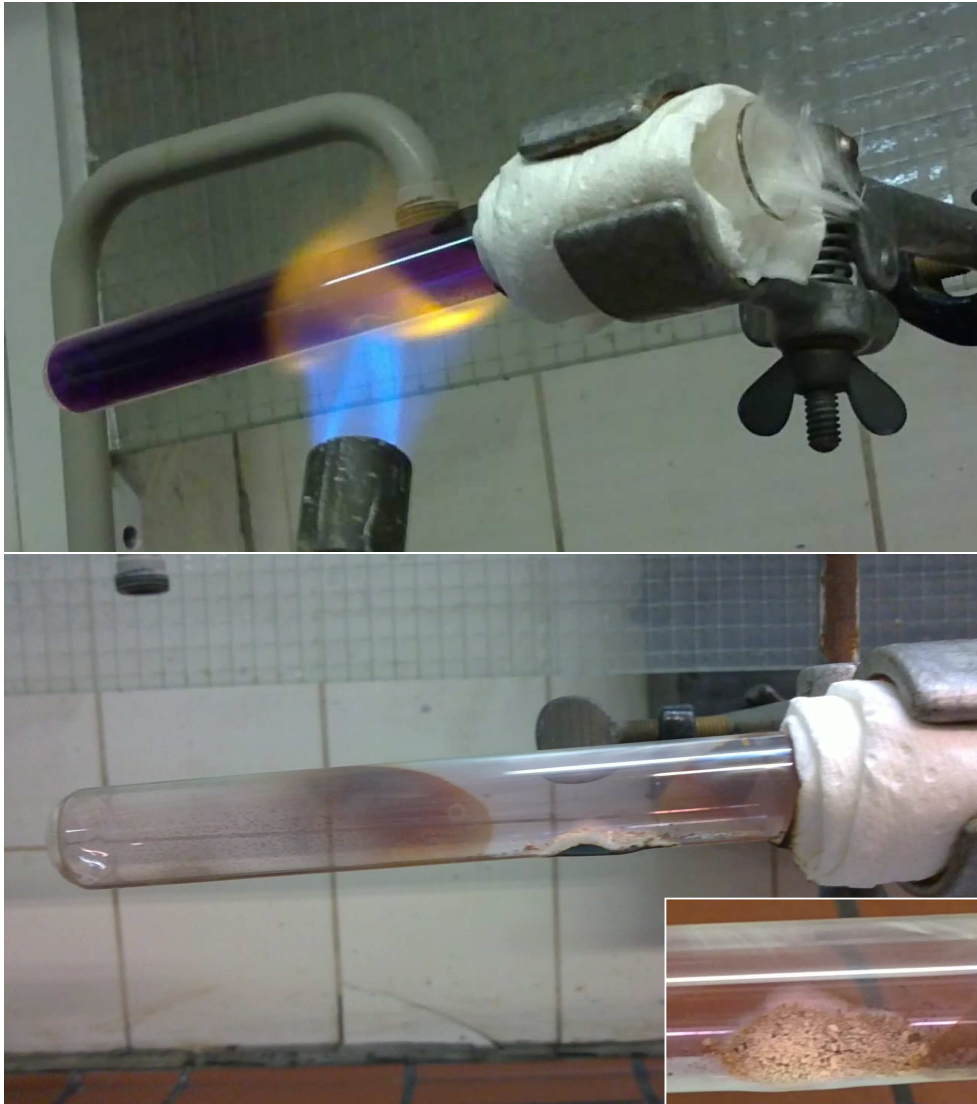
**Abbildung 3:** Versuchsaufbau Magnesium und Iod: 1 – Reagenzglas, mit Gaswolle verstopft, 2 – Magnesium, 3 – Iod, 4 – Gasbrenner

**Beobachtungen** Als wir das Iod erwärmten, schlug es sich an den kälteren Stellen des Reagenzglases wieder nieder. Als es schließlich vollständig gasförmig war, mussten wir das Magnesium ziemlich lange Erhitzen, bis die Reaktion, erkennbar an einer plötzlichen kurzen Rotglut des Metallpulvers, einsetzte. Danach hatte die Iodmenge im Reagenzglas deutlich abgenommen; das Magnesium war zu einem gräulich-weißen Pulver umgewandelt. Nach der Reinigung des Reagenzglases zeigte sich am Ort der Reaktion eine schwarze, mit dem Glas verbackene Masse und die Wandung war verformt. Ob der Grund dafür das starke Erhitzen mit dem Brenner oder die Reaktionswärme war, konnten wir nicht ermitteln. (Abbildung 4 illustriert die genannten Beobachtungen.)

## Aluminium und Iod

**Versuchsvorschrift** Man arbeitet unter dem Abzug. 0,5 g Aluminium- und 7 g Iodpulver werden innig vermengt und in einer Porzellanschale aufgehäuft. Dann tropft man ein wenig Wasser auf das Gemisch und verschließt den Abzug rasch.

Nachdem sich die Ioddämpfe verzogen haben, gießt man vorsichtig Natriumsulfatlösung in die Porzellanschale, um verbliebenes Iod zu zerstören. Achtung: Aluminiumiodid reagiert heftig mit Wasser.



**Abbildung 4:** Magnesium und Iod – Oben: Mit Ioddampf gefülltes Reagenzglas. – Unten: Reagenzglas nach der Reaktion. Man erkennt die Verformung und die gegenüber oben deutlich geringere Menge Iod. – Ausschnitt: Reaktionsprodukt.





**Abbildung 5:** Aluminium und Iod – Ioddämpfe

**Chemikalien:**

- Iodpulver
- Aluminiumpulver
- Wasser
- Natriumsulfitlösung

**Geräte:**

- Porzellanschale
- Spritzflasche mit Wasser

**Beobachtungen** Ungefähr zehn Sekunden nach dem Auftropfen des Wassers stiegen erste violette Dämpfe auf, die schnell sehr dicht wurden und sich etwa zehn Sekunden später wieder lichteten. (Siehe Abbildung 5.) In der Porzellanschale und auf den Fliesen in Richtung der Absaugung setzte sich metallisch glänzend Iod ab, das jedoch nach kurzer Zeit wieder verdampfte. (Siehe Abbildung 6.) Die in der Porzellanschale reagierende Mischung blähte sich zu einer ebenfalls metallisch glänzenden kuppelförmigen Kruste auf.

Als wir Natriumsulfitlösung zugeben, um restliches Iod zu zerstören, setzte sich die Reaktion anscheinend unter Bildung violetter Dämpfe fort. Schließlich blieb ein dunkelgrau metallisch glänzender Brei übrig.



**Abbildung 6:** Aluminium und Iod – Iodspiegel in der Schale und -niederschlag auf den Fliesen

## Auswertung

Alle Versuche waren weniger spektakulär, als wir erwartet hatten: Wir waren davon ausgegangen, dass die Reaktion von Aluminium mit Iod und insbesondere die von Natrium mit Chlor unter Flammerscheinungen<sup>1</sup> verlaufen würden. Auch das Aufglühen des Magnesiums als es mit Iod reagierte, war nicht besonders und trat erst nach einigem Hantieren mit dem Brenner auf. Die folgenden Abschnitte sind deshalb Vorschläge für eine möglicherweise erfolgreichere Durchführung der Versuche.

### Natrium und Chlor

Das in der Wasserschale aufsteigende Stück Natrium zeigt deutlich, dass die Reaktion mit Chlor sehr unvollständig verlaufen war. Es gilt also, die Kontaktfläche zu vergrößern und einen einfacheren Zustrom des Chlorgases zu ermöglichen, denn dieses konnte ja durch die Öffnung des Reagenzglases nur langsam nachfließen.

[6, S. 382] bietet hier eine Lösung: Man macht in das Reagenzglas, in dem die Stoffe reagieren sollen, etwa einen Zentimeter über dem Boden ein Loch von ein bis zwei Zentimetern Durchmesser. So kann das Chlor ungehindert das Natrium beströmen. Das Reagenzglas hängt man dabei an einem Draht in den Standzylinder. Dadurch kann man auch ein großes Reagenzglas verwenden, sodass der Gasraum um das Metallstück weniger eingeschränkt wird.

Außerdem macht jene Vorschrift eine Angabe über die Temperatur, die das Natrium haben soll: Man erhitzt es, bis es am Rand zu brennen beginnt. – Wir hatten es lediglich zum Schmelzen gebracht.

### Magnesium und Iod

Hier ist vermutlich das größte Problem, dass man gleichzeitig das Iod in der Gasphase halten muss, während man das Magnesium erwärmt. Auch hierzu wird man in [6] fündig. Vorschrift 571 empfiehlt, Magnesium und Iod so anzuordnen, wie wir das getan haben, allerdings etwas größere Mengen und in einem verstopften Verbrennungsrohr. Man erhitzt zuerst das Magnesium, bis es gerade anfängt, zu glühen und verdampft danach das Iod mit einem zweiten Brenner.

---

<sup>1</sup>[2, S. 1165] schreibt von »blendender gelber Lichterscheinung«.

Durch die Verwendung eines Verbrennungsrohres vermeidet man wahrscheinlich auch ein verformtes Reagenzglas, das man obendrein nicht mehr völlig reinigen kann.

## Aluminium und Iod

Vermutlich ist es bei dieser Reaktion normal, dass nur violette Dämpfe entstehen. Die Feuererscheinung, von der oft berichtet wird, ist darauf zurückzuführen, dass man dort einen Überschuss an Aluminium zugegeben hat. Dieses fängt durch die Wärme der Reaktion mit Iod an, mit dem Luftsauerstoff zu reagieren, also zu brennen. Da wir stöchiometrische Eduktmengen verwendet haben, passierte das nicht.

Möchte man eine intensivere Reaktion ohne Metallbrand, kann man Iod im Überschuss zugeben, um das Aluminium vollständig umzusetzen: Es geht nämlich eine erhebliche Menge Iod durch die Dampfentwicklung für die Reaktion verloren. Dass bei uns die Umsetzung nicht vollständig erfolgt war, erkannte man auch am Reaktionsprodukt, das augenscheinlich noch eine gewisse Menge Metalls enthielt.

## Literatur

- [1] GESTIS-Stoffdatenbank: Aluminium, Pulver, phlegmatisiert, Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung.
- [2] A. F. Hollemann, N. Wiberg u. andere, *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, de Gruyter, Berlin und New York, 101., bearb. und stark erw. Aufl., **1995**.
- [3] *Formelsammlung*, PAETEC Verlag für Bildungsmedien, Berlin, 4. Aufl., **2004**.
- [4] E. Riedel, *Anorganische Chemie*, Walter de Gruyter, Berlin, 6. Aufl., **2004**.
- [5] Aluminium iodide, University of Akron, <http://u11.chemistry.uakron.edu/erd/Chemicals/14000/12463.html> (besucht am 27.12.2010).
- [6] H. Boeck, J. Elsner, H. Fickel, R. Kuhner, V. Mirschel und andere, *Chemische Schulexperimente, Anorganische Chemie, zweiter Teil, Bd. 3*, Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt/M., 2., durchges. Auflage, **1988**.

## Kolophon

Dieses Protokoll wurde mit  $\text{\LaTeX} 2_{\epsilon}$  unter Verwendung der Dokumentenklasse `scrartcl` von Markus Kohm erstellt. Der Satz der Summenformeln und Reaktionsgleichungen wurde durch die Pakete `mhchem` von Martin Hensel und `chemexec` von Clemens Niederberger stark erleichtert. Philipp Lehmans `bib-latex` diente dem Aufbau des Literaturverzeichnisses. Die Graphiken wurden mit dem Programm Xfig erstellt. Die Fotos wurden von den Autoren aufgenommen.