

**Geräte und Chemikalien:**

Reagenzgläser, Messzylinder oder Pipette (10 mL), kleines Becherglas (50 mL), Wattebausch oder passende Gummistopfen, Filtriervorrichtung, Kaliumoxalat (I), Eisen(II)-sulfat (XI), destilliertes Wasser

**Durchführung/Beobachtung:****Darstellung des Kalium-di-oxalato-ferrat(II)**

Ein Reagenzglas wird etwa 1 cm hoch mit Kaliumoxalat gefüllt. In das andere Glas wird die gleiche Menge an frischem Eisen(II)-sulfat gegeben. In jedes Reagenzglas werden 10 mL destilliertes Wasser gefüllt und bis zur Lösung geschüttelt.

Beide Lösungen werden in ein kleines Becherglas zusammengeworfen, gut vermischt und die Mischung einige Minuten stehen gelassen.

Die Lösung färbt sich erst gelb-orange, dann entsteht der gelbe Niederschlag. Nach einer kurzen Wartezeit kann der Niederschlag abfiltriert werden; er wird mit wenig destilliertem Wasser gespült, die Masse auf ein Uhrglas gegeben und getrocknet.

**Vom Oxalat zum fein verteilten Eisen**

Der getrockneten Eisen(II)-oxalat-Niederschlag wird in ein Reagenzglas gefüllt und dessen Öffnung locker mit einem Wattebausch verschlossen.

Das Reagenzglas wird vorsichtig über dem Bunsenbrenner erhitzt. Das gelbe Pulver fängt nach einiger Zeit an, sich schwärzlich zu verfärben. Man kann sehen, wie sich dabei Gase bilden, die in der Masse Blasen bilden.

Es wird so lange weiter erhitzt, bis der Niederschlag völlig schwarz geworden ist. Danach wird das Reagenzglas sofort mit einem Gummistopfen verschlossen. So wird verhindert, dass beim Abkühlen Luft eindringt und das Eisen vorzeitig mit Sauerstoff reagiert.

(Das so hergestellte Eisenpulver kann im verschlossenen RG ein paar Tage aufgehoben werden.)

**Demonstration der spontanen Entzündung**

Das folgende Experiment führt man am besten im abgedunkelten Raum durch:

Das Reagenzglas wird mit der Öffnung schräg nach unten gehalten, der Gummistopfen wird entfernt und man lässt das schwarze Pulver auf eine feuerfeste Unterlage rieseln. Man beobachtet einen Funkenregen, das Reaktionsprodukt, eine Mischung verschiedener Oxide des Eisens, sieht rot bis schwarz aus.

### Hintergrundwissen:

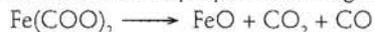
Eisen(II)-oxalat bildet sich durch Fällung aus frisch bereiteter Eisen(II)-Sulfat-Lösung:  $\text{Fe}^{2+} + (\text{COO})_2^{2-} \longrightarrow \text{Fe}(\text{COO})_2$

Nach Filtration und Trocknen zersetzt es sich beim Erhitzen zu Eisen und  $\text{CO}_2$ :  $\text{Fe}(\text{COO})_2 \longrightarrow \text{Fe} + 2 \text{CO}_2$

Wie Blume [1] anmerkt, handelt es bei diesem „Eisen(II)-oxalat“ genau genommen um eine Komplexverbindung,

Kalium-di-oxalato-ferrat(II):  $\text{K}_2[\text{Fe}((\text{COO})_2)_2] \longrightarrow \text{Fe} + 2 \text{CO}_2 + \text{K}_2(\text{COO})_2$

Andere Autoren [2] beschreiben die Thermolyse als mit einer Disproportionierung verknüpft:



In diesem Fall würde nur ein Viertel des eingesetzten Eisens mit der Luft reagieren.

### Information:

Ein Blick auf die Spannungsreihe zeigt, dass Eisen zu den unedlen Metallen gehört. Das ist der Grund dafür, dass Autos, Fahrräder und Brücken rosten – aber eigentlich sollte Eisen an der Luft gar nicht stabil sein, sondern sich spontan entzünden.

Ähnlich wie die noch weniger edlen Metalle Aluminium und Magnesium ist Eisen aber metastabil. Zwar oxidiert es an der Oberfläche, die gebildete Oxidschicht verhindert aber die weitere Oxidation.

Am Beispiel des Eisens lässt sich aber gut zeigen, dass und wie der Zerteilungsgrad eine Rolle spielt für die Ausprägung von Stoffeigenschaften. Je größer die Oberfläche im Vergleich zur Masse ist, desto mehr Eisenatome können mit Sauerstoffmolekülen reagieren. Weil dabei auch Reaktionsenergie frei wird, aktiviert sich die Reaktion selbst, das Eisen verbrennt.

- Beim bekannten Stahlwolle-Experiment, das man zur Demonstration der Massenzunahme bei der Oxidation einsetzt, reicht je nach Feinheit der Stahlwolle bereits ein Streichholz, um hinreichend Aktivierungsenergie zu liefern und das Büschel zu entzünden.
- Eine weitere drastische Steigerung des Zerteilungsgrades bis hinab in die Nano-Dimension findet bei der Herstellung von feinverteiltem Eisen aus Eisenoxalat statt. Wegen der vergleichsweise riesigen Oberfläche der Eisenteilchen reagieren diese spontan mit dem Luftsauerstoff, daher auch die Bezeichnung „pyrophores“ (Feuer liebendes) Eisen“.

### Literatur:

[1] Prof. Blumes Bildungsserver für Chemie; <http://dc2.uni-bielefeld.de/dc2/auto/a-v-ko02.htm> (Versuch 84)

[2] Haupt / Möllenkamp; [http://www.chemieexperimente.de/Register\\_ind.htm](http://www.chemieexperimente.de/Register_ind.htm) (Stichwort Pyrophores Eisen)