Logo folgt

Stand: 24.11.2026 | Quelle: DEGINTU

Experiment: Grüner Stahl; Reduktion von Eisen(III)-oxid mit Ammoniak

DEGINTU-ID: 208490 | Nr: 3109 | Institut für Chemieinformation

Lehrerversuch

Kategorie: Modelle und Simulationen, Metalle und Salze, Redoxreaktion

Reaktionsgleichung

2 NH4Cl + Ca(OH)2 → CaCl2 + 2 NH3 + 2 H2O
2 NH3 → N2 + 3 H2 (an heißem Eisen)
Fe2O3 + 3 H2 → 2 Fe + 3 H2O (endotherm)
Summe: Fe2O3 + 2 NH3 → 2 Fe + N2 + 3 H2O
Beim Abkühlen im Ammoniak auch: 8 Fe + 2 NH3 → 2 Fe4N + 3 H2
Nachweis: Fe + 2 HCl → FeCl2 + H2

Durchführung

⚠ **Erprobungsvorschrift, noch nicht im Labor erprobt. Mengen sind vorläufige Richtwerte.**

Vorbereitung und Durchführung (nur Lehrerversuch, im Abzug, Frontschieber als Schutzscheibe)

Der Aufbau folgt dem geschlossenen Kolbenprober-System von Heinzerling (s. Literatur); die Abweichungen stehen in Sonstiges. Ammoniak darf in Schulen nicht als Druckgas verwendet werden und wird deshalb aus einem Feststoffgemisch entwickelt. Das Verfahren bleibt aufwendig und wegen der Giftigkeit von Ammoniak gefährlich; die Wasserstoff-Varianten in der VV #208444 sind vorzuziehen. Sind keine Kolbenprober vorhanden, siehe die VV #208444 (Reduktion mit Wasserstoff).

1. Das leere Quarzrohr (Durchmesser 8 mm, etwa 10 cm lang, Bruchkanten rund geschmolzen) auf der Analysenwaage wägen. 30 bis 50 mg Eisen(III)-oxid (etwa zwei gehäufte Mikrospatel) einfüllen, in der Rohrmitte locker verteilen und erneut wägen. Der Gasweg muss frei bleiben.
2. Das Rohr waagerecht einspannen und einen Kolbenprober (100 mL, Kolben ganz eingeschoben) mit Siliconschlauch an ein Rohrende anschließen. Beide Kolbenprober vorher auf leichten Lauf prüfen.
3. 0,5 g Ammoniumchlorid und 0,5 g Calciumhydroxid mischen und in das dickwandige Reagenzglas mit seitlichem Auslass geben (rechnerisch höchstens etwa 0,2 L Ammoniak). Stopfen aufsetzen und am Auslass ein Trockenrohr mit Calciumoxid anschließen (kein Calciumchlorid, es bindet Ammoniak).
4. Das Gemisch mit dem Heißluftgebläse vorsichtig erwärmen und das Gas etwa 30 s in den Abzug strömen lassen. Den zweiten Kolbenprober anschließen, 20 mL aufziehen, abnehmen und in den Abzug ausstoßen. Wieder anschließen und 60 mL Ammoniak aufziehen.
5. Das Gebläse abstellen und den Auslass des Trockenrohrs über eine leere Sicherheitswaschflasche in die Waschflasche mit Wasser führen; die Ableitung taucht nur knapp ein. Dort kühlt der Gasentwickler ab.
6. Den gefüllten Kolbenprober an das freie Rohrende anschließen, den anderen Kolbenprober kurz abziehen und 10 mL Ammoniak durch das Rohr in den Abzug drücken, damit keine Luft im Rohr bleibt. Den leeren Kolbenprober wieder anschließen. Im System sind nun etwa 50 mL Ammoniak.
7. Das Eisenoxid mit dem oberen Drittel der Flamme eines Teclubrenners erhitzen und die Kolben dabei langsam hin- und herschieben, bis sich das Volumen nicht mehr ändert (nach Heinzerling etwa 10 min). Die Kolben müssen frei laufen, das Volumen kann vorübergehend steigen.
8. Wassertröpfchen im Rohr zum Schluss mit der Flamme vorsichtig austreiben, dann den Brenner löschen und das Rohr bei weiter geschlossenem System bis handwarm abkühlen lassen.
9. Das gesamte Gas in einen Kolbenprober schieben, diesen abnehmen und langsam über Sicherheitswaschflasche und Waschflasche entleeren. Das Rohr abnehmen.
10. Das Rohr von außen abwischen und mit Inhalt wägen.
11. Einen in Papier eingewickelten Neodym-Magneten an das ausgeklopfte Produkt und an unerhitztes Eisen(III)-oxid halten.
12. Einen Teil des Produkts in ein Reagenzglas geben, etwa 2 mL Salzsäure (10 %) zugeben, Flammen fernhalten und auf Gasblasen achten. Zum Vergleich eine Spatelspitze unerhitztes Eisen(III)-oxid ebenso behandeln.

Beobachtung

Das rotbraune Pulver glüht zwischendurch kurz auf und ist am Ende stahlgrau; im kälteren Rohrteil schlägt sich Wasser nieder. Am Neodym-Magneten bildet das Produkt eine Igelstruktur, das Eisen(III)-oxid nicht (alles nach Heinzerling, mit 30,9 mg Einwaage und 21,6 mg Auswaage). Mit Salzsäure wird erwartet, dass das Produkt Gasblasen entwickelt, das Vergleichsoxid nicht; das steht nicht im Aufsatz und ist noch nicht erprobt.

Auswertung

Ammoniak zerfällt in der Hitze zu Stickstoff und Wasserstoff; Ma et al. (s. Literatur) messen den Zerfall ab etwa 350 °C und die Reduktion ab etwa 650 °C. Das eigentliche Reduktionsmittel ist der frei werdende Wasserstoff, und das entstehende poröse Eisen beschleunigt den Zerfall weiter. Ammoniak lässt sich leichter transportieren als Wasserstoff, ist aber giftig. Grün ist das Verfahren nur, wenn das Ammoniak aus grünem Wasserstoff stammt, was für das Ammoniak aus Ammoniumchlorid nicht gilt.

Die Wägung zeigt das Produkt am deutlichsten. Das Verhältnis Einwaage zu Auswaage beträgt rechnerisch 1,43 für Eisen, 1,35 für Eisennitrid (Fe4N), 1,11 für Wüstit (FeO) und 1,03 für Magnetit (Fe3O4). Aus 30,9 mg Eisen(III)-oxid entstehen also 21,6 mg Eisen, aber 29,9 mg Magnetit.

Das Modell hat Grenzen. Das Produkt ist noch kein Stahl, sondern entspricht dem Eisenschwamm der Direktreduktion. Beim Abkühlen in Ammoniak kann Eisennitrid (Fe4N) entstehen, das Eisen vor Rost schützt und ebenfalls magnetisch sein kann. Auch Magnetit ist schwarz und magnetisch; der Magnet allein beweist also kein Eisen. Metallisches Eisen zeigen die Wägung und die Gasentwicklung mit Salzsäure, deren Eindeutigkeit bei Nitridanteil noch zu erproben ist. Die Volumenänderung taugt nur als Hinweis auf das Reaktionsende, nicht als Mengenbilanz.

Geräte und Material

Quarzrohr, 2 Kolbenprober 100 mL, Siliconschlauch, dickwandiges Reagenzglas mit seitlichem Auslass und Gummistopfen, Trockenrohr, leere Sicherheitswaschflasche, Waschflasche, Stativ mit Klemmen, Heißluftgebläse, Teclubrenner, Analysenwaage (0,1 mg), Waage, Mikrospatel, Neodym-Magnet, Papier, 2 Reagenzgläser im Ständer, Abzug

Ausgelagert aus VV #208444 auf Wunsch i. A. Claude am 04.11.2026. Überarbeitet i. A. Claude am 05.11.2026 nach dem Volltext von Heinzerling; die Fassung vom 04.11. (Durchflussaufbau mit 0,2 g Eisenoxid und bis zu 0,4 L Gas, eigener Entwurf) ist ersetzt. Noch nicht erprobt.

Übernommen aus Heinzerling: geschlossenes System mit zwei Kolbenprobern, Quarzrohr, Einwaage, 50 mL Ammoniak, Teclubrenner (obere Flammenzone, dort 800 bis 1000 °C), rund 10 min bis zur Volumenkonstanz, Wägung, Neodym-Magnet. Der Aufsatz nennt auch eine Low-Cost-Variante mit zwei Luer-Lock-Spritzen 60 mL und Luer-Schlauchadaptern (drei gehäufte Mikrospatel, rund 20 min, Kolben mit Silikonspray gleitfähig gemacht); sie ist hier nicht ausgearbeitet und bietet für den möglichen Volumenanstieg weniger Reserve.

Abweichungen von Heinzerling: (1) Calciumhydroxid statt Natriumhydroxid und 0,5 g statt 0,1 mol je Stoff (Vorgabe des Auftraggebers; Bewertung nach Einstufung, nicht im Labor verglichen). Der Aufsatz setzt 5,35 g Ammoniumchlorid und 4 g Natriumhydroxid ein, rechnerisch rund 2,4 L Ammoniak, nutzt aber nur 50 mL; das Verreiben von Natriumhydroxid im Mörser setzt zudem schon Ammoniak frei und ist nicht übernommen. (2) Trockenrohr beim Befüllen, weil auch hier Wasser entsteht; die Gleichung im Aufsatz lässt es weg, richtig ist NH4Cl + NaOH → NaCl + NH3 + H2O. (3) Heißluftgebläse am Gasentwickler (Vorgabe des Auftraggebers). Ergänzt, weil im Aufsatz nicht beschrieben: Spülen, Abkühlen, Entleeren über Waschflaschen, Salzsäure-Nachweis. Den Satz des Aufsatzes, vom geschlossenen System gehe keine Gefährdung aus, übernimmt diese VV nicht.

Anmerkungen zum Aufsatz (eigene Prüfung, i. A. Claude): Die „theoretischen 4,3 mL“ passen zur Volumenabnahme durch den Stickstoff (8,7 mL Ammoniak → 4,3 mL Stickstoff), nicht zum Ammoniakverbrauch. Als Mengenbilanz taugen die gemessenen 6 mL kaum, denn die rund 10 mg Reaktionswasser können überschlägig schon mehrere mL Ammoniak lösen, und der Zerfall des überschüssigen Ammoniaks würde das Volumen erhöhen. Im Molmassenbruch steht 151,6 statt 159,6 g/mol; das Ergebnis 1,43 ist richtig. Eisencarbid heißt Fe3C, nicht Fe4C. Der Aufsatz nennt Fe2N in Spuren, Ma et al. rund 40 Massen-% Fe4N.

Mit Vorrang zu prüfen: ob das Gas aus dem Calciumhydroxid-Gemisch für 50 mL sauber und trocken genug ist, wie lange das Abkühlen dauert und wie viel Nitrid entsteht. Ma et al. arbeiten mit Pellets bei 700 °C, 10 L/h und 2 h Haltezeit, aufgeheizt mit 5 K/s, und erreichen einen Reduktionsgrad von rund 98 %. Das Produkt enthält dort rund 60 Massen-% Eisen und 40 Massen-% Fe4N, der Stickstoff stammt überwiegend aus der Abkühlphase. Rechnerisch ergäbe das aus 30,9 mg Oxid rund 22,1 mg statt 21,6 mg; die Wägung kann das bei sauberem Arbeiten gerade noch trennen. Heinzerlings Einzelwert von 21,6 mg spricht für wenig Nitrid in seinem Aufbau, belegt es aber nicht. Das Heißluftgebläse scheidet für die Reduktion aus, weil die Probe über etwa 650 °C kommen muss. Ob der Salzsäure-Nachweis bei Nitridanteil eindeutig ist, bleibt zu erproben.

Gefahrstoffe

Name	Formel	CAS-Nr.	H-Sätze	P-Sätze	Piktogramme
Ammoniak, wasserfrei	NH_3	7664-41-7	H221 H314 H331 H410 EUH071	P210 P260 P273 P280 P315 P377 P381 P403 P405 P304+P340 P303+P361+P353 P305+P351+P338	GHS05, GHS06, GHS09
Ammoniak, wässrige Lösung 5%	NH_3·aq		H290 H314 H335	P260 P280 P301+P330+P331 P303+P361+P353 P305+P351+P338	GHS05, GHS07
Ammoniumchlorid	NH_4Cl	12125-02-9	H302 H319	P264 P270 P280 P301+P312 P337+P313 P305+P351+P338	GHS07
Calciumchlorid, wasserfrei	$CaCl_2$	10043-52-4	H319	P264 P280 P337+P313 P305+P351+P338	GHS07
Calciumhydroxid	$Ca(OH)_2$	1305-62-0	H315 H318 H335	P261 P264 P271 P280 P302+P352 P305+P351+P338	GHS05, GHS07
Calciumoxid	CaO	1305-78-8	H315 H318 H335	P261 P264 P271 P280 P302+P352 P305+P351+P338	GHS05, GHS07
Eisen, Pulver	Fe	7439-89-6	H228 H252	P210 P235 P240 P241 P280 P403+P235	GHS02
Eisen(III)-oxid	Fe_2O_3	1309-37-1			

Salzsäure 10%	HCl·aq		H290 H315 H319 H335	P261 P280 P302+P352 P304+P340 P303+P361+P353 P305+P351+P338	GHS05, GHS07
Wasserstoff	H_2	1333-74-0	H220	P210 P377 P381 P403	GHS02
Eisen(II)-chlorid-4-Hydrat	$FeCl_2 \cdot 4H_2O$	13478-10-9	H302 H314	P280 P310 P305+P351+P338	GHS05, GHS07
Stickstoff	N_2	7727-37-9			
Wasser, entionisiert	H_2O	7732-18-5			
Eisennitrid (Fe4N)	Fe_4N	12023-64-2	H228		GHS02

Persönliche Schutzausrüstung

- Eine **Gestellschutzbrille** ist zu tragen.
- Als Spritzschutz dienen **Nitril-Einmalhandschuhe**.

Schutzmaßnahmen

Abzug; Schutzhandschuhe beim Ansetzen. i. A. Claude

Gefahren

- durch Einatmen
- durch Hautkontakt
- durch Augenkontakt
- Brandgefahr
- Explosionsgefahr

Weitere Gefahren und Hinweise

Gefährdungen (i. A. Claude, 05.11.2026):

Ammoniak ist giftig beim Einatmen, ätzend und sehr giftig für Wasserorganismen, und es bildet mit Luft explosionsfähige Gemische. Daher nur im Abzug und erst nach dem Spülen heizen. Im geschlossenen System entsteht auch Wasserstoff. Das Gasvolumen kann sich durch den Ammoniakzerfall von 50 mL auf bis zu 100 mL erhöhen; die Kolben dürfen deshalb nicht festgestellt werden oder am Anschlag stehen. Ein Schlauch kann sich lösen, dann tritt Ammoniak aus. Beim Abkühlen des Gasentwicklers kann Wasser zurücksteigen, deshalb die Sicherheitswaschflasche. Calciumhydroxid und Calciumoxid können die Augen schwer schädigen; Calciumoxid erwärmt sich beim Aufnehmen von Wasser. Frisch reduziertes, fein verteiltes Eisen kann an Luft selbst aufglühen; deshalb im geschlossenen Rohr abkühlen lassen und nicht heiß ausschütten. Das Quarzrohr ist nach dem Erhitzen lange heiß und sieht kalt aus. Die Düse des Gebläses ist eine Zündquelle und bleibt nach dem Abstellen heiß.

Sicherheitshinweise

Schutzbrille tragen. Ammoniak nie als Druckgas, nur Lehrerversuch im Abzug, Frontschieber als Schutzscheibe zu den Schülerinnen und Schülern. Schutzhandschuhe beim Ansetzen. Erst nach dem Spülen heizen. Kolben müssen während des Erhitzens frei laufen. Restgas nur über Sicherheitswaschflasche und Waschflasche ablassen. i. A. Claude

Substitution

Substitution 1

Substitution von Gefahrstoffen, Verwendungsformen und -verfahren wurde geprüft. Der Versuch ist zur Vermittlung wesentlicher Lerninhalte nicht verzichtbar und kann unter Einhaltung der in der Versuchsvorschrift genannten Einschränkungen und mit den dort genannten Schutzmaßnahmen durchgeführt werden.
Gefährliche Stoffeigenschaften oder andere Gefährdungen, die eine Durchführung durch Schüler/innen oder Lehrkräfte grundsätzlich ausschließen würden, sind nicht bekannt. Die Stoffliste DGUV Information 213-098 in degintu.dguv.de wurde berücksichtigt.

Entsorgung

Die Waschflüssigkeit enthält Ammoniak und wird im Abzug neutralisiert in das Abwasser gegeben, die Rückstände aus Reagenzglas und Trockenrohr nach dem Abkühlen in den Behälter für anorganische Abfälle. Das Produkt nach dem Abkühlen anfeuchten; das Quarzrohr reinigen und wiederverwenden. Die Nachweisproben in den Behälter für saure anorganische Abfälle.

Literatur

Y. Ma et al.: Reducing Iron Oxide with Ammonia: A Sustainable Path to Green Steel, Adv. Sci. 10 (2023) 2300111, DOI 10.1002/advs.202300111.
Max-Planck-Gesellschaft: Mit Ammoniak zu grünem Stahl, https://www.mpg.de/20212313/mit-ammoniak-zu-klimaneutralem-stahl.
Grundlage des Aufbaus: P. Heinzerling: Von der Forschung direkt in die Schule: Grüner Stahl – Direktreduktion mit Ammoniak, CHEMKON 31 (2024) 221–225, DOI 10.1002/ckon.202400004; Erratum: CHEMKON 32 (2025) 75, DOI 10.1002/ckon.202580242.

Hinweis: Diese PDF-Datei ersetzt nicht die Gefährdungsbeurteilung und deren Dokumentation z.B. mit der Datenbank DEGINTU (degintu.dguv.de).