

# Ultraschall und Mikrowellenstrahlung im Chemieunterricht

Entwicklung und Erprobung einfacher Experimente  
zum nichtklassischen Energieeintrag

## **Dissertation**

zur Erlangung des Doktorgrades  
der Naturwissenschaften

vorgelegt beim Fachbereich  
Chemische und Pharmazeutische Wissenschaften  
der Johann Wolfgang Goethe-Universität  
in Frankfurt am Main

von

**Arnim Lühken**  
aus Mainz

Frankfurt 2005  
(D F 1)

Vom Fachbereich  
Chemische und Pharmazeutische Wissenschaften  
der Johann Wolfgang Goethe-Universität  
als Dissertation angenommen.

Dekan: Prof. Dr. H. Schwalbe

Gutachter: Prof. Dr. H. J. Bader

Prof. Dr. N. Auner

Datum der Disputation: 10. März 2005

*„Jede Erscheinung  
beweist ihre Notwendigkeit  
durch ihr Dasein!“*

BARUCH DE SPINOZA

## Vorwort

Diese Arbeit wurde unter Betreuung von Herrn Prof. Dr. H. J. Bader, geschäftsführender Direktor des Instituts für Didaktik der Chemie der Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main, in der Zeit von Januar 2000 bis Dezember 2004 angefertigt.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. H. J. Bader für die Überlassung des Themas und seine in allen Bereichen engagierte Unterstützung meiner Arbeit.

Danken möchte ich auch allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Institutes für ihre stete Hilfsbereitschaft und die familiäre Arbeitsatmosphäre. Im Besonderen danke ich Frau Kirsten Fischer für die Betreuung der Schülerprojekte und Herrn Dieter Sgoff für die Unterstützung bei den experimentellen Arbeiten.

Für die finanzielle Förderung der Schülerprojekte, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, danke ich der Robert Bosch Stiftung GmbH.

Frankfurt am Main, Januar 2005

*Arnim Lühken*

# I Inhaltsverzeichnis

<b>I</b>	<b>Inhaltsverzeichnis .....</b>	<b>I</b>
<b>II</b>	<b>Abbildungsverzeichnis.....</b>	<b>VI</b>
<b>III</b>	<b>Kurzfassung.....</b>	<b>VIII</b>
<b>1</b>	<b>Einführung .....</b>	<b>1</b>
1.1	Einleitung.....	1
1.1	Zielsetzung und Inhalt der Arbeit.....	2
1.2	Aufbau der Arbeit.....	3
<b>2</b>	<b>Grundlegende Fachdidaktik und Begründung der thematischen Einführung nichtklassischer Energieeintragsformen im Chemieunterricht.....</b>	<b>4</b>
2.1	Aufgaben der Fachdidaktik Chemie.....	4
2.2	Bildungsziele des modernen Chemieunterrichts.....	5
2.3	Praxisorientierung und Notwendigkeit fachdidaktischer Forschung...	7
2.4	Didaktische und Methodische Aspekte des Experiments und Experimentierens.....	9
2.5	Schulspezifische Anforderungen an Experiment und Experimentiertechnik.....	10
2.6	Begründung der thematischen Einführung nichtklassischer Energieeintragsformen im Chemieunterricht.....	12
2.6.1	Bezüge zur Lebenswelt und Technik.....	13
2.6.2	Fachspezifische Bezüge.....	14
2.6.3	Curriculare Zugänge .....	15
<b>3</b>	<b>Grundlagen und Entwicklung des nichtklassischen Energieeintrags durch Ultraschall und Mikrowelle .....</b>	<b>21</b>
3.1	Grundlagen des Energieeintrags durch Ultraschall.....	21
3.1.1	Erzeugung von Ultraschall.....	22
3.1.2	Akustische Kavitation - Ursache der physikalischen und physikalisch-chemischen Wirkung von Ultraschall .....	24

---

3.1.3	Bildung freier Radikale.....	28
3.1.4	Thermische Effekte.....	30
3.1.5	Stoßeﬀekte.....	30
3.1.6	Effektivitätsfaktoren.....	33
3.1.7	Energetische Betrachtung der akustischen Kavitation.....	35
3.1.8	Sonolumineszenz.....	37
<b>3.2</b>	<b>Grundlagen der Stoﬀerwärmung durch Mikrowellenstrahlung.....</b>	<b>41</b>
3.2.1	Erzeugung von Mikrowellenstrahlung.....	42
3.2.2	Dipolanregung im Mikrowellenfeld.....	42
3.2.3	Anregung elektrischer Leiter im Mikrowellenfeld.....	43
3.2.4	Grenzflächenpolarisation.....	44
3.2.5	Plasmabildung.....	45
<b>3.3</b>	<b>Entwicklung des nichtklassischen Energieeintrags.....</b>	<b>45</b>
3.3.1	Ultraschall als Energieüberträger.....	46
3.3.1.1	Überblick materialtechnischer Anwendungen.....	46
3.3.1.2	Sonochemie.....	48
3.3.1.3	Gerätetechnik.....	57
3.3.2	Mikrowellenfelder zur Stoﬀerwärmung.....	60
3.3.2.1	Überblick mikrowellenthermischer Anwendungen.....	60
3.3.2.2	Der Mikrowellenofen im Haushalt.....	61
3.3.2.3	Mikrowelleneinsatz in der Organischen Synthesechemie.....	62
3.3.2.4	Gerätetechnik.....	64
3.3.2.5	Untersuchungen zur Mikrowellen-Suszeptibilität von Feststoﬀen und Flüssigkeiten.....	67
<b>3.4</b>	<b>Gefahrenaspekte beim Umgang mit Mikrowellenstrahlung und Ultraschall.....</b>	<b>69</b>
<b>4</b>	<b>Schulexperimentelle Entwicklungen zur thematischen Einführung nichtklassischer Energieeintragsformen im Chemieunterricht.....</b>	<b>72</b>
<b>4.1</b>	<b>Schulexperimente mit dem Ultraschall-Reinigungsbad.....</b>	<b>72</b>
4.1.1	Allgemeiner Versuchsaufbau.....	74
4.1.2	Oberflächenreinigung.....	75
4.1.3	Oberflächenerosion.....	76
4.1.4	Emulgierung und Homogenisierung.....	77
4.1.5	Entgasung von Lösungen.....	78
4.1.6	Thixotropie.....	80
4.1.7	Diffusionsbeschleunigung.....	80
4.1.8	Reaktionsbeschleunigung.....	81
4.1.9	Ultraschallinduzierte Oxidation.....	84
4.1.10	Ultraschallinduzierte Reduktionen.....	87
4.1.11	Sonolumineszenz.....	87

---

<b>4.2</b>	<b>Schulexperimente mit dem Haushalts-Mikrowellenofen .....</b>	<b>90</b>
4.2.1	Allgemeine Schulversuche zur Stoffwärmerung im Haushalts-Mikrowellenofen.....	90
4.2.2	Schulversuche zur organischen Stoffsynthese im Haushalts-Mikrowellenofen.....	96
<b>5</b>	<b>Entwicklung von Experimentiertechniken zur Mikrowellen- Hochtemperaturerzeugung und deren Anwendungen im Chemieunterricht.....</b>	<b>100</b>
<b>5.1</b>	<b>Entwicklung der Aktivkohle-Suszeptor-Tiegel-Technik (AST-Technik).....</b>	<b>100</b>
5.1.1	Grundlegende Voruntersuchungen .....	100
5.1.2	Die Aktivkohle-Suszeptor-Tiegel-Technik (AST-Technik).....	101
5.1.3	Die Graphit-Suszeptor-Tiegel-Technik (GST-Technik) als Variante der AST-Technik .....	105
<b>5.2</b>	<b>Vergleich der AST-Technik mit klassischen Experimentier- techniken zur Hochtemperaturerzeugung im Schulversuch .....</b>	<b>108</b>
<b>5.3</b>	<b>Ausrüstung des Haushalts-Mikrowellenofens mit Gasableitung .....</b>	<b>112</b>
<b>5.4</b>	<b>Anwendungen der AST-Technik im Schulversuch.....</b>	<b>114</b>
5.4.1	Darstellen und Umschmelzen von Gläsern von Altglas .....	114
5.4.2	Schmelzen von Metallen.....	117
5.4.3	Darstellen von Metallen durch Reduktion der Metalloxide.....	118
5.4.4	Darstellen von Messing- und Bronzelegierungen.....	121
5.4.5	Darstellung anorganischer Farbpigmente und Luminophore ...	123
5.4.6	Glühen von Gips .....	125
<b>5.5</b>	<b>Schulversuche zur Pyrolyse .....</b>	<b>126</b>
<b>6</b>	<b>Praktische Erfahrungen in Schülerprojekten und in der Lehrerfortbildung.....</b>	<b>132</b>
<b>6.1</b>	<b>Das NaT-Working Projekt „Chemie und Physik in der Haushaltsmikrowelle und im Ultraschallbad - Schülerinnen und Schüler experimentieren mit nichtklassischen Energieformen“</b>	<b>133</b>
6.1.1	Projektkonzeption .....	133
6.1.2	Projektdurchführung .....	134
6.1.3	Projektgruppen und Facharbeiten .....	136
6.1.4	Diskussion und Bewertung .....	142
6.1.5	Veränderte Konzeption – Schülertage und Projektwochen .....	143
<b>6.2</b>	<b>Chemie im Ultraschallbad und dem Haushalts-Mikrowellenofen als Themen der Lehrerfortbildung .....</b>	<b>145</b>

---

<b>6.3</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>147</b>
<b>7</b>	<b>Experimenteller Teil.....</b>	<b>148</b>
<b>7.1</b>	<b>Allgemeine Angaben zu den verwendeten Geräten.....</b>	<b>148</b>
7.1.1	Ultraschallgeräte.....	148
<b>7.2</b>	<b>Herstellen des AST-Elements.....</b>	<b>149</b>
<b>7.3</b>	<b>Herstellen des GST-Elements.....</b>	<b>150</b>
<b>7.4</b>	<b>Experimentiervorschriften.....</b>	<b>151</b>
Versuch 1	Reinigungswirkung eines Ultraschallbades.....	151
Versuch 2	Oberflächenerosion von Aluminiumfolie durch Ultraschall....	153
Versuch 3	Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion - Modellversuch zur Homogenisation von Milch.....	154
Versuch 4	Dispergieren von Hexan in Wasser.....	155
Versuch 5	Entgasen von Mineralwasser.....	156
Versuch 6	Thixotropie von Gelatine-Gel.....	157
Versuch 7	Beschleunigung der Diffusion eines Farbstoffes durch eine permeable Membran.....	158
Versuch 8	Beschleunigung des katalytischen Zerfalls von Wasserstoff- peroxid im Ultraschallbad.....	159
Versuch 9	Reaktion von Eisen mit Schwefelsäure - Aufhebung der inhibitorischen Wirkung von Thiocyanat durch Ultraschall.....	163
Versuch 10	Oxidation von Iodid-Ionen zu elementarem Iod.....	167
Versuch 11	Oxidation von $\text{Fe}^{2+}$ in schwefelsaurer Lösung.....	168
Versuch 12	Oxidation von Schwefelwasserstoff zu elementarem Schwefel.....	169
Versuch 13	Dehydrierung von Hydrochinon.....	170
Versuch 14	Reduktion von Permanganat.....	171
Versuch 15	Sonolumineszenz von Wasser.....	172
Versuch 16	Sonolumineszenz von Natronwasserglas.....	173
Versuch 17	Sonolumineszenz von Perchlorsäure.....	174
Versuch 18	Sonolumineszenz von stark konzentrierter Natronlauge.....	175
Versuch 19	Sonolumineszenz von konzentrierter Schwefelsäure.....	177
Versuch 20	Mikrowellen-Erwärmung von Wasser, Ethanol, Speiseöl und Petroleumbenzin.....	179
Versuch 21	Mikrowellen-Erwärmung verschiedener Fettprodukte.....	180
Versuch 22	Erwärmen eines Zweiphasensystems im Mikrowellenofen und auf der Heizplatte.....	181
Versuch 23	Nachweis der Inhomogenität des Mikrowellenfelds eines Haushalts-Mikrowellenofens.....	182
Versuch 24	„Compact disc“ und Mikrowelle.....	183
Versuch 25	Erzeugung eines Schwefel- und Iodplasmas.....	184
Versuch 26	Oxidation von Ethanol zu Ethanal.....	186

---

Versuch 27 Darstellung von Kupferphthalocyanin.....	187
Versuch 28 Herstellung von Phthalocyaninen mit verschiedenen Metallsalzen .....	188
Versuch 29 Herstellung eines bleifreien Borosilikat-Glases und Glasfärben .....	190
Versuch 30 Herstellen verschiedener Glassorten.....	192
Versuch 31 Umschmelzen von Flaschenglas .....	194
Versuch 32 Emaillieren im Mikrowellenofen.....	195
Versuch 33 Schmelzen von Aluminium .....	197
Versuch 34 Schmelzen von Silberpulver .....	198
Versuch 35 Darstellen von Kupfer aus Kupfer(II)-oxid .....	199
Versuch 36 Reduktion von Eisenoxid mit Aktivkohlepulver u. gekörnter Aktivkohle .....	200
Versuch 37 Schmelzen von Kupfer/Zink-Legierungen (Messinge) .....	201
Versuch 38 Schmelzen von Kupfer/Zinn-Legierungen (Zinnbronzen) .....	203
Versuch 39 Schmelzen von Silber/Kupfer-Legierungen .....	204
Versuch 40 Darstellen von Thenards Blau.....	205
Versuch 41 Darstellen von Rinmans Grün.....	206
Versuch 42 Darstellen von „Bologneser Leuchtstein“.....	207
Versuch 43 Glühen von Calciumsulfat .....	208
Versuch 44 Pyrolyse fester Stoffe am Beispiel der thermischen Zersetzung von Polyethylen (PE) .....	209
Versuch 45 Pyrolyse flüssiger Verbindungen am Beispiel des Crackens von Erdöl.....	211
<b>8 Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>212</b>
<b>9 Literaturverzeichnis .....</b>	<b>215</b>



## II Abbildungsverzeichnis

<b>Abbildung 1:</b>	Bezugsfelder des praxisorientierten Chemieunterrichts .....	8
<b>Abbildung 2:</b>	Wege zur naturwissenschaftlichen Erkenntnis .....	10
<b>Abbildung 3:</b>	Dickendeformation einer Piezokeramik beim Anlegen einer elektrischen Spannung und deren Umpolung .....	23
<b>Abbildung 4:</b>	Druck- und Dichteverlauf bei einer Schallwelle .....	24
<b>Abbildung 5:</b>	Kavitationsphasen nach der Hot-spot-Theorie.. .....	25
<b>Abbildung 6:</b>	Momentaufnahmen der Implosionsphase einer Gaskavitationsblase mit Rückstoß .....	26
<b>Abbildung 7:</b>	Hochgeschwindigkeits-Blitzlicht-Mikroaufnahme der Implosion einer Kavitationsblase.....	27
<b>Abbildung 8:</b>	Unsymmetrisch kollabierende Kavitationsblase mit Ausbildung eines Microjet (schematische Darstellung).....	27
<b>Abbildung 9:</b>	Homolyse, Einwanderung in die Interphase und Eduktumsetzung.....	29
<b>Abbildung 10:</b>	REM-Aufnahme miteinander verschmolzener Zn-Partikel.....	31
<b>Abbildung 11:</b>	Agglomerationsverhalten verschiedener Metallpartikel.....	31
<b>Abbildung 13:</b>	Charakterisierung des Energietransfers möglicher Energieformen.....	36
<b>Abbildung 14:</b>	MBSL von Wasser .....	37
<b>Abbildung 15:</b>	SBSL einer Luftblase in Wasser. ....	38
<b>Abbildung 16:</b>	Elektromagnetisches Spektrum .....	41
<b>Abbildung 17:</b>	Ionen- und Dipol-Wechselwirkung im Mikrowellenfeld.....	43
<b>Abbildung 18:</b>	Nickeloberfläche vor und nach Einwirkung von Ultraschall....	50
<b>Abbildung 19:</b>	Isobenzochinolinradikal-Natriumsalz .....	51
<b>Abbildung 20:</b>	Funktionelle Einheit Phenazin des Anilinschwarz.....	53
<b>Abbildung 23:</b>	SONOPULS HD 2070 der Firma BANDELIN .....	59
<b>Abbildung 24:</b>	Immersions-Ultraschallsender für die Sonochemie .....	59
<b>Abbildung 26:</b>	Temperaturgradient in einem Flüssigkeitsvolumen, erwärmt auf einer Heizplatte und im Mikrowellenofen . ....	61
<b>Abbildung 27:</b>	Konstruktionsschema eines Haushalts-Mikrowellenofens .....	65
<b>Abbildung 28:</b>	Ultraschallbad-Standardaufbau .....	74
<b>Abbildung 29:</b>	Reinigung einer Tonscherbe im Ultraschallbad .....	75
<b>Abbildung 30:</b>	Aluminiumfolie nach einer Minute Behandlung im Ultraschallbad. ....	76
<b>Abbildung 31:</b>	Ergebnis der Öl/Wasser-Emulgation nach sechs Monaten Standzeit nach Beschallung.....	78
<b>Abbildung 32:</b>	Ergebnis der Hexan/Wasser-Emulgation. ....	78
<b>Abbildung 33:</b>	Entgasung von Mineralwasser .....	79
<b>Abbildung 34:</b>	Oxidation einer Iodidlösung .....	84
<b>Abbildung 36:</b>	Sonolumineszenz von konzentrierter Natronlauge .....	88
<b>Abbildung 37:</b>	Sonolumineszenz von konzentrierter Schwefelsäure.....	89
<b>Abbildung 38:</b>	Sonolumineszenz von konzentrierter Schwefelsäure.....	89
<b>Abbildung 39:</b>	Bestrahltes Thermo-Faxpapier ohne Drehteller.....	92

---

<b>Abbildung 40:</b>	Bestrahltes Thermo-Faxpapier mit Drehteller .....	93
<b>Abbildung 41:</b>	CD-ROM nach Bestrahlung im Mikrowellenofen.....	94
<b>Abbildung 42:</b>	Lichtemission bei Bestrahlung von Iodgas .....	95
<b>Abbildung 43:</b>	Versuchsaufbau zur Ethanal-Synthese im Mikrowellenofen....	98
<b>Abbildung 44:</b>	AST-Element mit Sandschüttung und gekörnter Aktivkohle als Suszeptor .....	102
<b>Abbildung 45:</b>	AST-Element im Mikrowellenofen .....	103
<b>Abbildung 46:</b>	AST-Element mit doppeltem Tontopf .....	104
<b>Abbildung 47:</b>	AST-Element mit Mörtelform .....	104
<b>Abbildung 48:</b>	GST-Element im Längsschnitt.....	105
<b>Abbildung 49:</b>	Bauteile für das GST-Element aus Quarzglas gefertigt.....	107
<b>Abbildung 50:</b>	GST-Element aus Quarzglas gefertigt.....	107
<b>Abbildung 51:</b>	Temperaturverlauf der Erwärmung eines 20 ml Porzellantiegels mit AST-Technik in der Mikrowelle.....	109
<b>Abbildung 53:</b>	Schematische Darstellung eines Haushalts-Mikrowellenofens ohne äußeres Verkleidungsblech mit Teflonschlauch ausgerüstet.....	113
<b>Abbildung 54:</b>	Glasschmelze während der Bestrahlung im AST-Element im Mikrowellenofen.....	115
<b>Abbildung 55:</b>	Mit AST-Technik hergestellte Glasperlen .....	116
<b>Abbildung 56:</b>	Mit AST-Technik hergestellter Silberregulus.....	118
<b>Abbildung 57:</b>	Mit AST-Technik hergestellte Kupferreguli.....	119
<b>Abbildung 58:</b>	Mörtelform zur Reduktion von Eisenoxid mit Aktivkohle unter Luftzufuhr im Mikrowellenofen.....	121
<b>Abbildung 59:</b>	Mit AST-Technik hergestellte Messinge .....	122
<b>Abbildung 60:</b>	Versuchsaufbau zur Pyrolyse.....	127
<b>Abbildung 61:</b>	Gaschromatogramm des aufgefangenen Gases der PE-Pyrolyse .....	128
<b>Abbildung 62:</b>	Gaschromatogramm des aufgefangenen Gases der Ethanol-Pyrolyse an Aktivkohle im Mikrowellenofen ....	129
<b>Abbildung 63:</b>	Gaschromatogramm des Aufgefangenen Gases der Ethanol-Pyrolyse am Perlkatalysator .....	130
<b>Abbildung 64:</b>	Arbeitsschritte der Herstellung eines GST-Elements.....	150

### III Kurzfassung

Ziel dieser Arbeit ist es, Möglichkeiten darzustellen, wie die Thematik *Mikrowellenstrahlung und Ultraschall* als nichtklassische Energieeintragsformen im Chemieunterricht allgemeinbildender Schulen behandelt werden kann.

Technologien, die Mikrowellenstrahlung und Ultraschall nutzen, gewinnen immer mehr an Alltags- und Lebensweltbedeutung. Deshalb ist die experimentelle Erschließung dieser Thematik für den modernen Chemieunterricht, der sich an der praktischen Lebenswelt orientiert, von fachdidaktischem Interesse.

Für den Chemieunterricht wurden einfache Experimente entwickelt, die mit haushaltsüblichen Geräten und Materialien durchgeführt werden können. Die Experimente demonstrieren die unterschiedlichen Eigenschaften und Wirkungen der beiden nichtklassischen Energieeintragsformen. Es wurde bei der Entwicklung der Experimente besonderer Wert darauf gelegt, dass sie von Schülern<sup>1</sup> selbst durchgeführt werden können.

Für den Experimentalunterricht wurde eine Experimentiertechnik entwickelt, die es ermöglicht, durch Eintrag von Mikrowellenenergie zeit- und kostensparend Hochtemperaturprozesse in einem Temperaturbereich um 1.200 °C durchzuführen. Mit dieser Technik eröffnen sich vielfältige neue schulexperimentelle Möglichkeiten in diesem Temperaturbereich.

In unterschiedlichen Schülerprojekten und Lehrerfortbildungsveranstaltungen wurde die Thematik eingeführt. Die entwickelten Experimente stießen dabei auf großes Interesse bei Schülern und Lehrern und wurden häufig in den Chemieunterricht übernommen.

Im Experimentalunterricht kann die Thematik des nichtklassischen Energieeintrags durch Ultraschall und Mikrowelle sehr erfolgreich in der Sekundarstufe I und II vermittelt werden.

---

<sup>1</sup> Aus Gründen der Kürze und besseren Lesbarkeit wird in dieser Arbeit bei geschlechtsbezogenen Begriffen nur eine Form verwendet. Es sind aber dennoch immer beide Geschlechter gleichberechtigt angesprochen.

# 1 Einführung

## 1.1 Einleitung

Viele Schüler erfahren in der Schule die experimentelle Chemie als eine Laborwissenschaft, die im Alltag und in der Lebenswelt keine Gültigkeit und Anwendung zu haben scheint. Woran liegt das?

Gründe hierfür liegen sicher in der Auswahl der Experimente, die im Chemieunterricht gezeigt werden. Noch bis zu den sechziger Jahren des vergangenen Jahrhunderts wurden für chemische Experimente im Unterricht kaum Stoffe und Geräte des Alltags verwendet, sondern Laborchemikalien und Laborapparaturen. Moderner Chemieunterricht weist dem Experiment nach wie vor eine zentrale Position zu, sorgt jedoch dabei für eine Kontextorientierung, die dem Lernenden den Bezug des Experiments zu seiner Lebenswelt unmittelbar und deutlich erscheinen lässt. Das Experiment soll dazu nach Möglichkeit mit alltäglichen Geräten und Stoffen durchgeführt werden.

Ein wichtiger Auftrag fachdidaktischer Forschung in den Naturwissenschaften, respektive der Chemie, ist deshalb die andauernde Beschäftigung mit den Erkenntnissen aktueller Forschung und den technologischen Entwicklungen innerhalb der eigenen Disziplin, aber auch denen der Nachbardisziplinen. Hierbei soll die Fachdidaktik die Relevanz der jeweiligen Thematik oder des Gegenstands für das Alltagsleben und die Zukunftsperspektiven der Lernenden erfassen und bewerten, weiterhin eine an die Bedürfnisse und Fähigkeiten der Lernenden angepasste didaktische Reduktion erarbeiten und schließlich didaktische und methodische Konzeptionen für eine Umsetzung im naturwissenschaftlichen Unterricht vorschlagen.

Die Notwendigkeit der Entwicklung immer neuer Experimente und Experimentiervorschläge für das Schulfach Chemie ist damit begründet. Der Einsatz „altgedienter“ Experimente in aktuellen Themenzusammenhängen ist dabei unumstritten möglich, jedoch nicht ausreichend. Ziel eines modernen Experimentalunterrichts muss es sein, so weit wie möglich lebensweltauthentisch zu arbeiten. Dies bedeutet zum einen, Alltagssubstanzen, wie zum Beispiel Lebensmittel oder Reinigungsmittel als Chemikalien einzusetzen, zum anderen auch, Alltagsgegenstände beim Experimentieren zu gebrauchen. Mikrowellenstrahlung und Ultraschall sind schon heute wichtige Bestandteile von Alltagstechnologien, wie zum Beispiel der Oberflächenreinigung bzw. der Speisenerwärmung. Zukünftig wird die Lebensweltrelevanz des nichtklassischen Energieeintrags, wenn auch in ihrem Umfang schwer abschätzbar, deutlich anwachsen. Insofern erscheint die thematische Einführung dieses Themengebiets im naturwissenschaftlichen Unterricht und insbesondere im Experimentalunterricht sehr notwendig.

## 1.1 Zielsetzung und Inhalt der Arbeit

Ziel der Arbeit ist es, Möglichkeiten aufzuzeigen, wie die Thematik *Ultraschall und Mikrowellenstrahlung als nichtklassische Energieeintragsformen* alltags- und lebensweltorientiert im Chemieunterricht behandelt werden kann.

Zwei Schwerpunkte dieser Arbeit sind die Entwicklung einfacher Schulexperimente und deren Einführung im naturwissenschaftlichen Unterricht. Nach Möglichkeit sollen dabei die Experimente als Schülerexperimente durchführbar sein.

Es werden Experimente vorgestellt, welche die physikalischen und physikalisch-chemischen Eigenschaften des Ultraschalls und der Mikrowellenstrahlung in einfacher Weise phänomenologisch zeigen. Als Schall- beziehungsweise Strahlungsquelle wird dabei ausschließlich das Ultraschall-Reinigungsbad beziehungsweise der Haushalts-Mikrowellenofen verwendet, um damit lebenswelttypische Geräte einzusetzen. Die entwickelten Schulexperimente dienen auch dazu, die Konstruktions- und Funktionsprinzipien dieser Geräte kennen und verstehen zu lernen.

Die Einführung der Thematik und der entwickelten Experimente in den naturwissenschaftlichen Unterricht gelang im Rahmen von Projektarbeiten für Schüler und Fortbildungsveranstaltungen für Lehrer. Die Experimentierangebote für Schüler wurden als Projektinitiative in das NaT-Working Programm der Robert Bosch Stiftung GmbH aufgenommen und finanziell gefördert. Die einzelnen Aktivitäten werden in dieser Arbeit vorgestellt. Eine Evaluation leistet diese Arbeit nicht, doch werden Einschätzungen und Meinungsbilder der Schüler und Lehrer hinsichtlich Motivation und Akzeptanz wiedergegeben.

Ein weiterer wichtiger Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung von einfachen Experimentiertechniken zur Erzeugung hoher Temperaturen in einem Bereich um 1.200 °C unter Verwendung eines Haushalts-Mikrowellenofens. Ziel ist es dabei, die schulexperimentellen Möglichkeiten im Bereich der Hochtemperaturchemie zu erweitern und dabei den Mikrowellenofen als kosten- und zeitsparendes Experimentiergerät gegenüber dem Gebläsebrenner und Muffelofen zu etablieren.

Die Experimente zum Energieeintrag durch Mikrowellenstrahlung und Ultraschall erscheinen gleichermaßen für die Schulchemie, wie auch aus fachchemischer Sicht interessant; die weitere Untersuchung der Versuchsergebnisse ist sicher lohnenswert. Die hier vorzustellenden Arbeiten orientieren sich in dieser Hinsicht bewusst an schulexperimentellen Bedürfnissen und fachdidaktischen Interessen. Die Experimente sind in Aufbau und Durchführung einfach gehalten, Reaktionsprodukte sollen mit der im Schullabor üblichen Analytik untersucht werden können. Die Diskussion der Versuchsergebnisse steht stets im Bezug zur Fachdidaktik Chemie.

## 1.2 Aufbau der Arbeit

Nach dieser Einführung wird zunächst das Thema der vorliegenden Arbeit fachdidaktisch begründet und die Situation des gegenwärtigen experimentellen Chemieunterrichts beschrieben (Kapitel 2).

Da der nichtklassische Energieeintrag ein recht junges Forschungsgebiet darstellt, werden in Kapitel 3 die wichtigsten Grundlagen und Entwicklungen des nichtklassischen Energieeintrags durch Ultraschall und Mikrowellenstrahlung vorgestellt. Dabei geht es zunächst um die physikalischen und physikalisch-chemischen Vorgänge beim Energieeintrag in Stoffsysteme durch Ultraschall und Mikrowellenstrahlung. Weiterhin wird in diesem Kapitel die technische Entwicklung von entsprechenden Schall- und Strahlungsquellen zusammengefasst. Exemplarisch werden verschiedene sonochemische und mikrowellenchemische Anwendungen beschrieben, die für die Entwicklung von Schulexperimenten interessant sind.

Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Schulexperimente zum nichtklassischen Energieeintrag sind in den zentralen Kapiteln 4 und 5 beschrieben, fachdidaktisch kommentiert und curricular eingeordnet. Dabei werden in Kapitel 4 die Experimente beschrieben, mit denen die Wirkungen von Ultraschall und Mikrowellenstrahlung auf Stoffe und Stoffsysteme demonstriert werden können. In Kapitel 6 werden die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Techniken der Hochtemperaturerzeugung und deren verschiedenen Anwendungsmöglichkeiten im Chemieunterricht vorgestellt, ebenfalls fachdidaktisch kommentiert und curricular eingeordnet.

Die entwickelten Schulexperimente konnten bereits in Schulen und Schülerprojekten sowie Lehrerfortbildungen sehr erfolgreich eingeführt werden. Die einzelnen Aktivitäten werden in Kapitel 6 ausführlich beschrieben.

Die Experimentiervorschriften mit Angabe der benötigten Materialien und Stoffe beinhaltet Kapitel 7.

## 2 Grundlegende Fachdidaktik und Begründung der thematischen Einführung nichtklassischer Energieeintragsformen im Chemieunterricht

Die Entwicklung neuer Inhalte für den Chemieunterricht und fachspezifisch damit verbundener Schulexperimente, wie sie mit dieser Arbeit vorgelegt werden, ist in engem Zusammenhang mit dem Bildungs- und Forschungsauftrag der Fachdidaktik Chemie zu sehen.

Die didaktisch-methodische Begründung der thematischen Einführung nichtklassischer Energieeintragsformen im Chemieunterricht erfolgt in diesem Kapitel, während sie für die schulexperimentelle Einführung in Kapitel 4, beziehungsweise in Kapitel 5 gesondert vorgenommen wird.

### 2.1 Aufgaben der Fachdidaktik Chemie

Mit der Reform der Lehrerbildung in den siebziger Jahren wurden an vielen Universitäten der Bundesrepublik Deutschland Fachdidaktiken institutionalisiert, die zunächst mit der **Ausbildung der Lehramtskandidaten** bis zum ersten Staatsexamen beauftragt waren. Neuerdings sind Institute für Didaktik der Chemie auch mit der **Fortbildung der Lehrer** betraut. PFEIFER fasst die Ziele der fachdidaktischen Ausbildung wie folgt zusammen:

*Die fachdidaktische Ausbildung [und Weiterbildung] soll den Chemielehrer befähigen, Wissen verständlich, zeitgemäß und interessant (aufbereitet) darzubieten. [1, S. 9].*

Was unter *zeitgemäßem Wissen* und *zeitgemäßer Darbietung* verstanden wird, soll in den folgenden Kapiteln genauer besprochen werden, da diese Begriffe einen Begründungsrahmen **fachdidaktischer Forschung** liefern.

Die institutionalisierte Fachdidaktik Chemie beschränkt sich nicht auf Forschung, Aus- und Weiterbildung, sondern nimmt in Gremien und Behörden Anteil an fachspezifischen Bildungsdiskussionen in Hinblick auf die **Weiterentwicklung** von naturwissenschaftlichem Unterricht, insbesondere **von Chemieunterricht**.

## 2.2 Bildungsziele des modernen Chemieunterrichts

Die allgemeinen und fachspezifischen Bildungsziele des Chemieunterrichts haben sich in den vergangenen fünfzig Jahren stark verändert. Bis zu den siebziger Jahren des 20. Jahrhunderts orientierte sich die Konzeption des naturwissenschaftlichen Unterrichts überwiegend an der Fachsystematik und der Stoffchemie [2]. Chemieunterricht hatte damit in der Sekundarstufe II die Absicht der propädeutischen Kompetenzbildung bei Kandidaten der naturwissenschaftlichen und technischen Studiengänge. DEBOER stellt rückblickend fest, dass allgemeine Bildungsziele des naturwissenschaftlichen Unterrichts, ausgenommen die Entwicklung eines philosophischen Selbst- und Weltverständnisses, wenig berücksichtigt wurden [3].

Ende der siebziger Jahre fand langsam ein Umdenken statt. Die zunehmend kritische bis ablehnende Haltung und die Schuldzuweisungen vieler Menschen gegenüber den Naturwissenschaften aufgrund wachsender ökonomischer, sozialer und vor allem ökologischer Probleme der Industriestaaten rückten die Notwendigkeit der naturwissenschaftlichen Allgemeinbildung in den Vordergrund [4].

In diesem Zusammenhang ist es heute unstrittig, dass die Bürger der Industrieländer in einer Gesellschaft leben, die im Besonderen durch die modernen Naturwissenschaften und mehr noch durch deren Technologien geprägt sind. Die Leitfrage für die Beurteilung des naturwissenschaftlichen Unterrichts muss also lauten: *Inwieweit werden Jugendliche auf die Herausforderungen der heutigen Wissensgesellschaft vorbereitet?* [5]. Ziel ist es, die naturwissenschaftliche Grundbildung, im modernen Sprachgebrauch als *Scientific Literacy* bezeichnet, und die daraus erwachsenden naturwissenschaftlichen Kompetenzen der Schüler zu verbessern.

Für eine verständige und verantwortungsvolle Teilnahme am gesellschaftlichen Leben im Sinne der *Science Literacy* sind im naturwissenschaftlichen Unterricht vielfältige Kompetenzen aus den folgenden übergeordneten Bereichen zu vermitteln:

- Naturwissenschaftliche Begriffe und Prinzipien (Wissen bzw. Verständnis zentraler naturwissenschaftlicher Konzepte),
- Naturwissenschaftliche Untersuchungsmethoden und Denkweisen (Verständnis naturwissenschaftlicher Prozesse, grundlegende Fertigkeiten, Denkhaltungen),
- Vorstellungen über die Besonderheit der Naturwissenschaft (Verständnis der *nature of science*, epistemologische Vorstellungen, Wissen über die Grenzen der Naturwissenschaft),



- Vorstellungen über die Beziehungen zwischen Naturwissenschaft, Technik, und Gesellschaft (Verständnis des „Unternehmens Naturwissenschaft“ im sozialen, ökonomischen und ökologischen Kontext).

DUIT, HÄUSSLER und PRENZEL formulieren weiterhin auch Einstellungen und Wertorientierungen (Relevanzeinschätzungen, „Faszination Natur und Naturwissenschaft“) als wichtige Aspekte der *Science Literacy* [6].

Für den Chemieunterricht konkretisieren sich die fachspezifischen Bildungsinhalte in fünf fundamentalen fachlichen Leitlinien, an welche die Schüler herangeführt werden sollen. Diese sind:

- 1 Stoff – Struktur – Eigenschafts-Beziehungen
- 2 Chemische Reaktionen: Lösen und Knüpfen chemischer Verbindungen
- 3 Energiebeteiligung
- 4 Die Denk- und Arbeitsweisen der Chemie
- 5 Die historische Betrachtungsweise

Im Zusammenhang mit diesen fachspezifischen Inhalten kommt dem Experiment und dem Experimentieren eine hohe Bedeutung zu [1, S. 292]. Die zentrale didaktische und methodische Stellung des Experiments wird in Abschnitt 3.4 gesondert herausgestellt.

In der Schulpraxis wird das Ziel, die formulierten Bildungsinhalte erfolgreich und nachhaltig zu vermitteln, kaum erreicht. Deutlich wird dies im Zusammenhang mit der PISA-Studie 2000, in der die Notwendigkeit des problem- und anwendungsorientierten Lernens für ein besseres Verständnis von Denk- und Arbeitsweisen sowie die Besonderheiten der Naturwissenschaften herausgestellt werden. Einen etwas anderen Akzent bei der Einschätzung des heutigen Chemieunterrichts betonen bereits seit Jahren die Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) und der Deutsche Verein zur Förderung des mathematischen und naturwissenschaftlichen Unterrichts e.V. (MNU), die besonders die Verknüpfung von Chemieunterricht und Lebenswelt anmahnen:

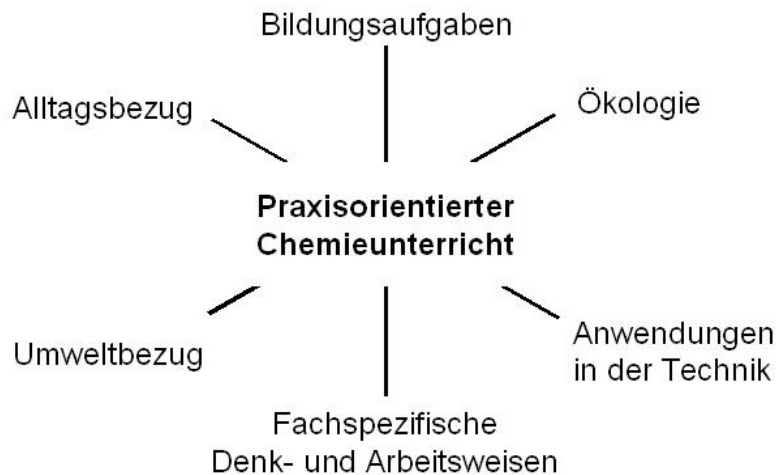
*Aufgabe des Chemieunterrichts ist es, die zentrale Bedeutung chemischer Kenntnisse für die heutige Lebenswelt einsichtig und erfahrbar zu machen. Die Verbindung zwischen Chemie und Lebensbereich der Lernenden muss genutzt bzw. hergestellt werden, um auf einen verantwortungsbewussten Umgang mit der Umwelt vorzubereiten. Die Lernenden müssen in die Lage versetzt werden, Kenntnisse aus Chemie und Technik, die im Chemieunterricht vermittelt wurden, sinnvoll mit einzubeziehen [7].*

*Um chemische Kenntnisse im Alltag nutzen zu können, müssen Situationen im Chemieunterricht hergestellt werden, die mit denen im Alltag vergleichbar sind. Das ist zum Beispiel möglich, wenn die aus fachlichem Interesse gesuchten Deutungen fallstudienartig in komplexen Alltagssituationen angewendet werden und wenn die Lernenden dabei auch solche Handlungsentscheidungen treffen, die sie ausführen können. Es ist aber auch möglich, wenn Alltagssituationen differenziert nach Interessen betrachtet werden..., damit von den dabei identifizierten chemischen Interessen ausgehend eine fachliche Deutung des Sachverhalts entwickelt werden kann; ...[8]*

### **2.3 Praxisorientierung und Notwendigkeit fachdidaktischer Forschung**

Die im vorhergehenden Abschnitt 2.2. formulierten Kompetenzbereiche und fachspezifischen Bildungsinhalte fordern einen Chemieunterricht, der fachliche Leitlinien im gleichen Maße, wie die Alltagswelt der Schüler berücksichtigt. Ein Konzeptionsbeispiel für einen modernen, an der Praxis orientierten Chemieunterricht geben LUTZ und PFEIFER:

*Praxisorientierter Chemieunterricht bleibt grundsätzlich wissenschaftsbezogen. Der Unterricht nach diesem Konzept gewinnt, wann immer möglich, seine Probleme aus der Lebenswirklichkeit. Die Schüler erfahren Erklärungsmuster aus der Sicht der Naturwissenschaft Chemie und erkennen Handlungsmöglichkeiten in der Lebenswirklichkeit. Unverzichtbar ist, dass praxisorientierter Chemieunterricht zugleich zeitgemäßer Experimentalunterricht ist, der nicht nur einen Eindruck von der Vielfalt der faszinierenden Welt chemischer Phänomene, sondern auch Grundfertigkeiten im Umgang mit den Stoffen, auch des Alltags, vermittelt [1, S. 56] (Abbildung 1).*



**Abbildung 1:** Bezugsfelder des praxisorientierten Chemieunterrichts (nach LUTZ und PFEIFER [1, S. 56]).

Probleme der Lebenswirklichkeit werden mit fachspezifischen Denk- und Arbeitsweisen untersucht, dazu gehört auch das induktive Nachvollziehen von bestehenden Modellvorstellungen und Theorien. Genauso werden aber auch Modelle und Theorien in einen lebensweltlichen Bezug gebracht und deduktiv betrachtet.

Diesem Konzept sind immanent, dass sich die inhaltlichen Unterrichtsschwerpunkte und Schulexperimente verändern, genauso wie Naturwissenschaften und Technik und die durch sie beeinflusste Lebenswelt einer ständigen Veränderung unterworfen sind. Der fachdidaktischen Forschung kommt deshalb heute als eine zentrale Aufgabe zu, Chemieunterricht im Sinne der Praxisorientierung ständig weiter zu entwickeln. Dies bedeutet, Themen und Gegenstände der aktuellen Lebenswelt und der sie beeinflussenden naturwissenschaftlichen Forschung und Technik wissenschaftsbezogen, also den fachlichen Leitlinien entsprechend, didaktisch und methodisch zu erschließen und dem Chemieunterricht inhaltlich zugänglich zu machen. Selbstverständlich ist hierbei auch die Neuentwicklung und Weiterentwicklung entsprechender Schulexperimente, wodurch es zu einer engen Verknüpfung von Didaktik und Methodik kommt. Besonders bemerkenswert ist hier die Empfehlung von BADER, selbst solche Themen und Schulexperimente, bei denen das zugrundeliegende Verfahren noch nicht Stand der Technik ist, sondern auch dort noch innovativen Charakter hat, in den praxisorientierten Chemieunterricht zu integrieren [9].

## 2.4 Didaktische und Methodische Aspekte des Experiments und Experimentierens

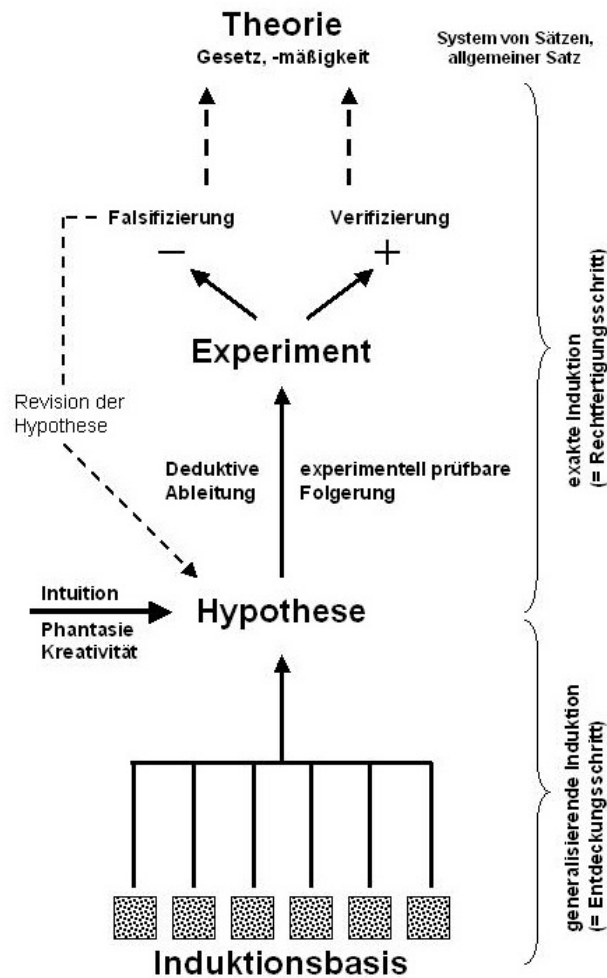
Auf dem Weg des Erkenntnisgewinns in der Naturwissenschaft Chemie ist das Experiment von zentraler Bedeutung. Nur über den Weg des induktiv oder deduktiv geführten Experiments entstehen und bestätigen sich die Theorien und Gesetze der Chemie (Abbildung 2).

Eine Begründung, weshalb das Experiment auch im Chemieunterricht eine zentrale Stellung einnehmen soll, ergibt sich nach LUTZ und PFEIFER zunächst aus der Struktur der Denk- und Arbeitsweise der Fachwissenschaft.

*Die fachspezifischen Methoden der Chemie sind Methoden des Experimentierens, die durch die enge Verzahnung von theoretischem Denken und manueller Tätigkeit gekennzeichnet sind [1, S. 46].*

Dass Experimente im Unterricht nicht lediglich inhaltlich durch Texte und Abbildungen vorgestellt, sondern unbedingt real durchgeführt werden sollten, begründet sich mit den fachspezifischen manuellen und affektiven Bildungsfunktionen des Experimentierens, wiederum in dem Sinne, das Wesen der Naturwissenschaft Chemie, ihrer Vorgehens- und Arbeitsweise zu vermitteln.

Aber auch weitere spezifische Lernziele werden durch das Experimentieren erreicht, wie zum Beispiel der sachgemäße Umgang mit Experimentiergeräten und Stoffen, die im chemischen Labor eingesetzt werden beziehungsweise eingesetzt werden können oder die Beachtung und das Verständnis von chemiespezifischen Vorsichtsmaßnahmen, Sicherheitsbestimmungen und Umweltschutzgedanken. Das naturwissenschaftliche Experimentieren fördert in besonderem Maße psychomotorische Fähigkeiten der Lernenden. Zu diesen Fähigkeiten gehören Geduld, Genauigkeit, Sorgfalt, Umsicht und Konzentration. So oft es möglich ist, sollte den Schülern deshalb die Gelegenheit gegeben werden, Experimente im Chemieunterricht selbstständig zu planen und durchzuführen [10].



**Abbildung 2:** Wege zur naturwissenschaftlichen Erkenntnis (nach PFEIFER [1, S. 95]).

## 2.5 Schulspezifische Anforderungen an Experiment und Experimentiertechnik

Naturwissenschaftliche Schulexperimente und dabei angewendete Experimentiertechniken müssen einerseits einer Vielzahl von Bedingungen und Einschränkungen gerecht werden, andererseits sollen durch sie möglichst vielseitig und umfassend die Gesetzmäßigkeiten, Methoden, Anwendungen und Lebensweltbezüge der Naturwissenschaften gezeigt werden. Nicht zuletzt ist für Schüler ein Experiment besonders dann motivierend, wenn es deutliche und überraschende Phänomene zeigt. Alle diese Anforderungen müssen bei der Entwicklung schulgeeigneter Experimente und Experimentiertechniken ausreichend berücksichtigt werden.

In Bezug auf die Einführung einer Experimentiertechnik, muss diese zunächst auf ihre Eignung in verschiedenen Organisationsformen des Experimentierens geprüft werden. Ist sie im Schülerversuch anwendbar? Eignet sie sich zur Demonstration im Chemiesaal?

Für den Einsatz im Schülerexperiment muss die Experimentiertechnik und selbstverständlich weiterhin auch das mit ihr durchzuführende Experiment den Sicherheitsanforderungen genügen, um eine Gefährdung der Schüler zu vermeiden. Die Verwendung von Chemikalien und der Umgang mit diesen ist durch den Gesetzgeber geregelt [11], genauso sind die Verordnungen des jeweils gültigen Schulgesetzes bei der Verwendung von Geräten, wie zum Beispiel auch die eines Mikrowellenofens, zu beachten [12]. Die Lehrperson muss in jedem Fall das Gefährdungspotential in Hinblick auf die Arbeitssituation ihrer Schülergruppe einschätzen und über eine Eignung der Geräte entscheiden.

Soll das Experiment von Schülern eigenständig durchgeführt werden, darf es deren altergemäße manuelle Fähigkeiten nicht übersteigen. Da das Zeitbudget für Schülerexperimente in der Regel sehr knapp bemessen ist, müssen das Experiment und die dabei durchzuführende Experimentiertechnik leicht verständlich und überschaubar sein. Die Geräte sollen möglichst robust und einfach zu bedienen sein. Die Experimentiertechnik soll die Dauer des Experiments möglichst gering halten.

Für das Demonstrationsexperiment gelten die gleichen Anforderungen an Übersichtlichkeit und Versuchsdauer, jedoch ist in Hinsicht auf dessen Gefährdungspotential die Wahl der Chemikalien und Geräte weniger eingeschränkt als beim Schülerversuch, da hier allein der Fachlehrer vor der Klasse experimentiert. Ein Versuch, der vor einer Schülergruppe aufgebaut und durchgeführt werden soll, muss jedoch in besonderem Maße übersichtlich und auch noch von den hinteren Plätzen des Chemiesaals gut beobachtbar sein.

Unabhängig von der Organisationsform soll der Vorbereitungsaufwand für das Experiment gering sein. Das Experiment soll eine hohe Wahrscheinlichkeit des Gelingens aufweisen und die dabei angewendete Experimentiertechnik ein reproduzierbares Ergebnis gewährleisten.

Ob eine Experimentiertechnik sich für den Einsatz im Schulversuch eignet, ist nicht zuletzt eine Frage des Anschaffungsaufwandes und der Kosten für Material und Geräte. Je geringer diese sind, desto eher wird sich der Lehrende zu einer Anschaffung entschließen. Weiterhin sollten die Materialien und Geräte geringe Ansprüche an Pflege und Wartung stellen und problemlos lagerfähig sein.

## 2.6 Begründung der thematischen Einführung nichtklassischer Energieeintragsformen im Chemieunterricht

Die energetische Betrachtung chemischer Reaktionen ist Gegenstand aller Lehrpläne für den Unterricht der Sekundarstufen I und II, wobei je nach Jahrgangsstufe die Spannweite von einfachen qualitativen Beschreibungen bis zur quantitativen Erfassung thermodynamischer Größen geht. Theoretische und experimentelle Zugänge sind in einer großen Zahl methodisch-didaktischer Publikationen zu finden, neuere Konzeptionen beschreiben etwa MELLE und JANSEN [13, 14].

Ist für die Durchführung chemischer Schulexperimente die Zufuhr von Energie notwendig, erfolgt dies überwiegend in Form von thermischer Energie, also von Wärmestrahlung und Wärmeleitung. Auch die Nutzung elektrischer Energie spielt eine gewisse Rolle. Nur in wenigen Fällen bedient man sich kurzwelliger Strahlung aus dem UV-Bereich, etwa bei der radikalischen Seitenkettenhalogenierung von Aromaten oder spektroskopischen Untersuchungen. Strahlung anderer Wellenlängen kommt in der Schulchemie eine nur geringe experimentelle Bedeutung zu. Dies gilt besonders für energiereiche, kurzwellige Strahlungen, deren Einsatz bereits aus Sicherheitsgründen enge bis engste Grenzen gesetzt sind.

Die genannte Beschränkung ist vor dem Hintergrund einer sinnvollen didaktischen Reduktion in der Schulchemie unbestritten, denn es kann nicht Gegenstand des Chemieunterrichts sein, die Wechselwirkung von Strahlung jedes Frequenzbereiches mit Materie zu erarbeiten. In der gymnasialen Oberstufe sollte man jedoch zumindest an einigen Beispielen zeigen, dass Energiezufuhr nicht zwangsläufig mit Wärmestrahlung gleichzusetzen ist.

Ultraschall und Mikrowellenstrahlung eignen sich in hervorragender Weise als Themen für ein praxisorientiertes Chemieunterrichtskonzept. Sie bieten vielfältige problemorientierte Anknüpfungspunkte in den verschiedenen lebensweltlichen und fachspezifischen Bezugsfeldern dieser Unterrichtskonzeption. Vor allem bieten sie dem Unterricht Inhalte, die aktuelle und innovative Bereiche von Naturwissenschaft und Technik zeigen.

### 2.6.1 Bezüge zur Lebenswelt und Technik<sup>1</sup>

Eine Reihe von technischen Anwendungen des Ultraschalls, wie zum Beispiel die Sonographie in der medizinischen Diagnostik, die Reinigung optischer und feinmechanischer Geräte oder die Entfernungsmessung mit Ultraschall, sind vielen Schülern aus ihrer Lebenswelt bekannt. Die Anwendung von Ultraschall, beispielsweise zum Entgasen einer Flüssigkeit, zur Emulgierung oder Suspendierung eines Mehrphasengemisches kann insbesondere in der Lebensmitteltechnologie als wichtige Verfahrenstechnik thematisiert werden. Doch nicht nur in der Technik, auch in der Tierwelt spielt Ultraschall eine interessante Rolle: Fledermäuse, die Lautfrequenzen im Ultraschallbereich zur Beuteortung und zum Beutefang abgeben oder Delphine, die sich nach dem Echolotprinzip orientieren und im Ultraschall-Frequenzbereich wahrscheinlich auch kommunizieren [15].

Kritisch kann zu den bis hier genannten Beispielen angemerkt werden, dass diese rein physikalische Anwendungen des Ultraschalls zeigen und deshalb ihren Platz im Physikunterricht haben. Da viele dieser physikalischen Ultraschallanwendungen jedoch innerhalb moderner chemischer Verfahrenstechniken eingesetzt werden, betreffen sie auch den Chemieunterricht.

Die Erforschung von Ultraschall und Mikrowellenstrahlung als nichtklassische Energieeintragsformen zur Entwicklung moderner chemischer Verfahrenstechniken, ist ein innovativer Weg zu einer ökologisch und ökonomisch nachhaltigen Chemie (*Green Chemistry*) und damit von allgemeinem Interesse.

Mikrowellenstrahlung ist uns im Alltag mindestens so stark im Bewusstsein, wie Ultraschall. Nicht zuletzt deshalb, weil in den Medien seit Jahren immer wieder eine öffentliche Diskussion über gesundheitliche Gefährdungen durch Mikrowellenstrahlung, die beispielweise Mobiltelefone emittieren, geführt wird (vgl. Abschnitt 3.4). RADAR-Techniken bedienen sich der Zentimeterwellen bei der Verkehrskontrolle bis hin zur Seefahrts- und Luftfahrtsüberwachung. Doch auch in positiven Zusammenhängen gehen wir mit dieser elektromagnetischen Strahlung um, wird doch Mikrowellenstrahlung schwacher Intensität in der Medizin zur Therapie von Rheuma und anderen Gewebeerkrankungen erfolgreich eingesetzt. Für die vorliegende Arbeit von ganz besonderem Interesse ist die Anwendung im Haushalt: Sehr komfortabel werden heute in jeder zweiten Küche Nahrungsmittel und Getränke in einem Mikrowellenofen erwärmt. Dies ist offensichtlich auch der am stärksten lebensweltbezogene Zugang für eine Einführung des Themas im

---

<sup>1</sup> Beispiele für die Einführung in den an dieser Stelle zu *Lebenswelt und technische Anwendungen* zusammengefassten Bezugsfeldern (vgl. Abbildung 2) werden hier nur kurz vorgestellt. In Kapitel 2 kommen weitere Beispiele hinzu und werden zusammen in Kapitel 3 im Rahmen der Versuchsbeschreibungen noch einmal aufgegriffen.



Unterricht. Außerdem kann hier die Abhängigkeit der Lebensqualität von technischem Fortschritt deutlich gezeigt werden, was dem Bildungsziel – *Die Bedeutung der Naturwissenschaften einschätzen können* – nachkommt [16].

Gegenwärtig ist das Bewusstsein der Schüler für die unmittelbare Alltags- und Anwendungsrelevanz von Ultraschalltechnologien als relativ gering, das für die Anwendungen der Mikrowellenstrahlung um einiges größer einzuschätzen. Wichtig ist hier jedoch, die mittelbare Relevanz und die technologischen Entwicklungen dieser beiden Energieeintragsformen in Hinblick auf ihre zukünftige Bedeutung in der Lebenswelt der Verbraucher hervorzuheben, auch wenn diese den Schülern erst bewusst gemacht werden muss. Zukünftig wird nicht nur die technologische Bedeutung nichtklassischer Energieeintragsformen in den verschiedenen Bereichen der Industrie, sondern auch der alltägliche Umgang mit Mikrowellenstrahlung und Ultraschall immer weiter zunehmen (vgl. Abschnitt 3.3). Es ist deshalb anzunehmen, dass diese Thematik immer stärker in das Bewusstsein der Menschen tritt.

Ultraschall und Mikrowelle können thematisch variabel, auch als Einzelthemen getrennt, eingeführt werden. Zum Beispiel:

- Ultraschall im Alltag und in der Technik
- Mikrowellenstrahlung in Alltag und in der Technik
- Klassische und nichtklassische Energieeintragsformen
- Neue Technologien
- Erweiterung des mechanischen und elektromagnetischen Schwingungsspektrums

## 2.6.2 Fachspezifische Bezüge

Aus den in Abschnitt 2.6.1 vorgestellten Lebensweltbezügen können nun unterschiedliche Probleme gewonnen werden, die zu fachspezifischen Inhalten der Chemie führen. Ein Beispiel soll dies beschreiben:

Unterrichtsthema ist der Gebrauch des Mikrowellenofens zum Erwärmen von Speisen und Getränken. Es kann nun aus der alltäglichen Erfahrung der Schüler die Frage gewonnen werden, weshalb Wasser in einem Trinkglas im Mikrowellenofen erhitzt werden kann, das Trinkglas allein jedoch kaum erwärmt wird. Das Problem des Erwärmungsverhaltens des Wassers führt zum fachspezifischen Erklärungsmuster, das die Erwärmung mit Hilfe der Modellvorstellung des Wassermoleküls als Dipol und der Theorie der Dipolanregung im elektromagnetischen Wechselfeld erklärt. Durch Verallgemeinerung des Erklärungsmusters gewinnen

die Schüler an Entscheidungskompetenz, welche Stoffe im Mikrowellenofen erwärmt werden können und welche nicht.

Wurde, um das Beispiel weiter zu verwenden, die Dipoleigenschaft des Wassers zunächst theoretisch eingeführt und am Modell erklärt, ist die Thematisierung des Erwärmungsverhaltens des Wassers im Mikrowellenofen eine sehr gute Gelegenheit, die Theorie lebensweltbezogen anzuwenden.

Das Themengebiet *Ultraschall und Mikrowelle als nichtklassische Energieeintragsformen* kommt bestens der in Abschnitt 2.2 geforderten Verknüpfung von Chemieunterricht und Lebenswelt nach und bezieht in sinnvoller Weise fachchemische Inhalte und Lebenswelt aufeinander. Die verschiedenen weiteren fachspezifischen Inhalte, welche sich aus den Lebensweltbezügen des Themengebiets ableiten lassen, werden im Rahmen der Beschreibung der entwickelten Schulexperimente in den Kapiteln 4 und 5 vorgestellt.

### 2.6.3 Curriculare Zugänge

Am Beispiel des aktuellen hessischen Lehrplans Chemie für den Bildungsgang Gymnasium [17] sollen Möglichkeiten aufgezeigt werden, das *Thema Nichtklassische Energieeintragsformen* unmittelbar oder mittelbar in das Curriculum des Unterrichtsfachs Chemie zu integrieren.

Die explizite Thematisierung der nichtklassischen Energieeintragsformen im Lehrplan Chemie ist nicht vorgesehen. Der Lehrplan Chemie betont jedoch schon in seinen beiden ersten Kapiteln „Aufgaben und Ziele des Faches und didaktisch-methodische Grundlagen“ die Bedeutung naturwissenschaftlicher Bildung unter dem Aspekt der fortschreitenden Technisierung aller Lebensbereiche und weist auf den nötigen Alltagsbezug des Unterrichtsgegenstands zur Einbettung in einen für Schüler sinnvollen Kontext hin. Eine Einführung der Thematik dieser Arbeit im Unterrichtsfach Chemie wird dadurch generell befürwortet und begründet.

Der gegenwärtige Lehrplan orientiert sich zunächst an der fachwissenschaftlichen Systematik. Gleichwertig soll jedoch eine Strukturierung nach Alltags- und Technikbezügen vorgenommen werden können. Dies wird in Kapitel 2 des hessischen Lehrplans ausdrücklich von einer verantwortungsvollen Unterrichtskonzeption gefordert. Der Lehrplan Chemie strukturiert die verbindlichen Themen wie folgt:

Jahrgangsstufe 8	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stoffe-Strukturen-Eigenschaften</li> <li>• Die chemische Reaktion</li> </ul>
Jahrgangsstufe 9	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Einführung in die Symbolsprache und ihre Anwendung</li> <li>• Elementgruppen</li> <li>• Elektrolyse und Ionenbegriff</li> </ul>
Jahrgangsstufe 10	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Atombau, Periodensystem und Ionenbindung</li> <li>• Elektronenpaarbindung / Atombindung</li> <li>• Säuren, Laugen, Salze / Protolysereaktionen</li> <li>• Brennstoffe: Erdöl und Erdgas</li> </ul>
Jahrgangsstufe 11	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Redoxreaktionen</li> <li>• Einführung in die Kohlenstoffchemie</li> </ul>
Jahrgangsstufe 12	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kohlenstoffverbindungen und funktionelle Gruppen</li> <li>• Technisch und biologisch wichtige Kohlenstoffverbindungen</li> </ul>
Jahrgangsstufe 13	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Antrieb und Steuerung chemischer Reaktionen</li> <li>• Angewandte Chemie / Elektrochemie / Komplexchemie</li> </ul>

Energieeintrag durch Mikrowellenstrahlung oder Ultraschall kann im Lehrplan in vielen Themenzusammenhängen neue experimentelle Möglichkeiten eröffnen, dabei eventuell sekundär thematisiert werden, auf jeden Fall aber wertvolle Alltags- und Technikbezüge liefern.

Im Folgenden sollen Zugänge in den verschiedenen Jahrgangsstufen aufgezeigt werden. Die Didaktik ist dabei kurz gehalten und wird im Kapitel 4 und 5 ausführlich dargestellt.

Das Unterrichtsfach Chemie beginnt in der Jahrgangsstufe 8. Im hessischen Lehrplan Physik für die Jahrgangsstufe 7 wird jedoch im Themengebiet *Magnetismus und Elektrizität* bei der Bearbeitung des Themas *Wirkungen des elektrischen Stromes und ihre Nutzung* fachvorgreifend die chemische (!), die magnetische, die Licht- und die Wärmewirkung des elektrischen Stromes behandelt. Insofern kann bei entsprechender didaktischer Reduktion die Erwärmung von Stoffen im Mikrowellenfeld hier phänomenologisch eingeführt werden. Es ist zu beachten, dass prinzipiell grundlegende Vorkenntnisse über das elektrische und magnetische Feld, so wie den Atom- und Molekülbau bei Schülern nicht vorhanden sind.

Jahrgangsstufe 8, Thema *Stoffe und ihre Eigenschaften, Aggregatzustände und ihre Übergänge*: Mit der Mikrowellen-AST-Technik können die Metalle Kupfer und Eisen - Stoffe, die den Schülerinnen und Schülern nur als Feststoffe bekannt sind - geschmolzen werden. Die Mikrowellen-AST-Technik wird hier nur als „besondere“ Schmelzmethode vorgestellt, jedoch nicht näher untersucht.

Eventuell können hier auch die Darstellung und das Schmelzen von Glas am Beispiel der Borosilikatgläser gezeigt werden. Dadurch würde ein technisch und kulturell äußerst bedeutender Werkstoff vorgestellt, dessen Alltagsbedeutung nicht zu unterschätzen ist. Außerdem zeigen die Erfahrungen, dass das Thema *Darstellung und Färbung von Glas* Schülerinnen und Schülern stark motiviert und weiteres Interesse für die Chemie des Glases weckt. Die Mikrowellen-AST-Technik kann dabei auf verschiedenen Stufen der didaktischen Reduktion erläutert werden.

Jahrgangsstufe 8, Thema *Veränderungen von Stoffen beim Erhitzen*: Mit der Mikrowellen-Pyrolysetechnik können verschiedene Stoffe pyrolysiert beziehungsweise calciniert werden. Die Stoffveränderungen können hier sehr deutlich vorgeführt, Alltagsbezüge zu Recycling-Verfahren vorgestellt werden. Auf die Grundlagen dieser Pyrolysetechnik wird nicht eingegangen.

Jahrgangsstufe 8, Thema *Herstellung von Stoffgemischen, Beispiele aus dem Alltag, Industrie, etc.*: Mit Hilfe des Ultraschallbads können recht schnell stabile Suspensionen und Emulsionen dargestellt werden. Zudem ist die Ultraschall-Homogenisation ein wichtiges Verfahren in der Lebensmitteltechnologie, zum Beispiel bei der Stabilisierung von Milchprodukten. Das Wirkungsprinzip kann hierbei didaktisch reduziert recht einfach erklärt werden.

Jahrgangsstufe 9, Thema *Redoxreaktionen, Redoxreaktionen zur Herstellung von Gebrauchsmetallen*: Die Reduktion von Eisenoxid oder Kupferoxid mit Aktivkohle gelingt mit der Mikrowellen-AST-Technik in einem so befriedigenden Maßstab, dass gießfähige Metallschmelzen dargestellt und handhabbare Metallreguli erhalten werden können. Die Experimente sind prinzipiell für Schülerversuche geeignet und haben erfahrungsgemäß ein hohes Motivationspotenzial für Schüler.

Jahrgangsstufe 9, Thema *Elektrolyse und Ionenbegriff, Schmelzflusselektrolyse*: Mit der Mikrowellen-AST-Technik gelingt es, Kochsalz recht einfach und schnell zu schmelzen. Die Schmelze ist im Tiegel etwa zwei Minuten lang so weit flüssig, dass ihre Stromleitfähigkeit geprüft werden kann. Eine einfache Schmelzelektrolyse ist durchführbar. Da Natriumchlorid als Kochsalz den Schülern bekannt ist und von diesen kurz bezeichnet auch schon als *Salz* angesprochen wird, ist dieses als Versuchsgegenstand besonders geeignet und anderen für Schüler unbekanntem Salzen vorzuziehen.

Das Prinzip der Hochtemperaturerzeugung mit Mikrowelle und Aktivkohle kann auch in dieser Jahrgangsstufe noch nicht verstanden werden, da Kenntnisse über den Atombau zur Erklärung der Elektronenanregung im Graphitgitter fehlen. Eine weitgehend didaktisch reduzierte Erklärung des Phänomens erscheint jedoch sinnvoll.

In der Jahrgangsstufe 10 kann das Prinzip Mikrowellenanregung von Dipolmolekülen direkt thematisiert werden, wenn das *Wassermolekül als Dipol* betrachtet wird. Parallel zu dem Experiment *Flüssigkeitsstrahl im elektrischen Feld* sollte

das Prinzip der Erwärmung im Mikrowellenfeld am Beispiel der Erwärmung von Speisen und Getränken im Haushalts-Mikrowellenofen erläutert werden. Hier bietet sich auch ein Exkurs *Erwärmung verschiedener Stoffe im Mikrowellenfeld* an. Der Haushalts-Mikrowellenofen wird weiterhin nicht mehr als „besonderer Ofen“ und die Mikrowelle-AST-Technik nicht als „spezielle Methode zur Hochtemperaturerzeugung“ eingeführt, sondern kann prinzipiell erklärt und mit dem Thema *Eigenschaften permanenter Dipolmoleküle* in Beziehung gesetzt werden. Nicht nur die Dipolanregung, sondern auch die direkte Elektronenanregung im Mikrowellenfeld kann in dieser Jahrgangsstufe verstanden und diskutiert werden, da das Rutherford'sche Kern-Hülle-Modell bereits behandelt und zur Erklärung der Eigenschaften verschiedener Stoffgruppen, insbesondere der Metalle, herangezogen wurde. Fächerübergreifend ist jedoch zu beachten, dass Vorkenntnisse über elektrische und magnetische Felder aus dem Physikunterricht bei Schülern noch nicht vorhanden sind. Insofern kann eine wirklich fächerübergreifende Thematisierung erst in Jahrgangsstufe 12 gelingen.

Im Themenzusammenhang *Erdöl* demonstriert die Mikrowellen-Pyrolysetechnik mit sehr guter Ausbeute an gasförmigen Fraktionen das Cracken von Rohöl oder hochsiedenden Erdölfraktionen. Flüssige, eventuell gesundheitsgefährdende Fraktionen werden vermieden.

Auch der Lehrplan Physik in Jahrgangsstufe 10 bietet weitere fächerübergreifende Bezüge: Die verbindlichen Unterrichtsinhalte *Erzeugung und Nutzung der verschiedenen Energieformen* und *Möglichkeiten sparsamer Energieverwendung* bieten alltagsbezogene Möglichkeiten der thematischen Einführung des Mikrowellenofens.

In der Jahrgangsstufe 11 wird das Thema *Redoxreaktionen, Redoxreaktionen zur Herstellung von Gebrauchsmetallen* aus der Jahrgangsstufe 9 wieder aufgenommen und vertieft. Hierbei wird explizit und beispielhaft die *Eisen- und Stahlerzeugung* oder die *Kupfergewinnung aus Kupfererzen* behandelt. Fakultativer Unterrichtsinhalt ist auch das Thema *Metalle als Werkstoffe*. Besonders hier ist Mikrowellen-AST-Technik zum Darstellen und Schmelzen von Metallen eine sehr wertvolle Erweiterung der experimentellen Möglichkeiten. Neben der Reduktion von Kupfer- oder Eisenoxid ist auch das Umschmelzen von Kupfer-, Eisen- oder Aluminiummetall (letzteres unter einer Kochsalzschmelze) möglich. Sehr schön kann auch Silber als typisch glänzender Regulus aus grau-schwarzem Silberpulver durch Umschmelzen unter Borax erhalten werden. Erweitert wird das Versuchsspektrum durch die Möglichkeit der Darstellung verschiedener hochschmelzender Metalllegierungen, wie zum Beispiel Bronzen und Messinge. Diesen kommt zweifelsohne eine sehr hohe geschichtliche, kulturelle und technische Bedeutung zu, weshalb sie im Experimentalunterricht auch dargestellt und untersucht werden sollten. Gleichwohl sind sie aber mit den bisherigen schulexperimentellen Möglichkeiten kaum darstellbar.

Die *Einführung in die Kohlenstoffchemie* in der Jahrgangsstufe 11 beinhaltet auch den Themenbereich *Ungesättigte Kohlenwasserstoffe*. Dabei gibt der Lehrplan als verbindlichen Unterrichtsinhalt unter anderem die Pyrolyse und das Recycling von Kunststoffabfällen vor. Die Mikrowellen-Pyrolyse von beispielsweise PE bietet sich hier zur Demonstration an. Vorteilhaft ist hier die schnelle und saubere Durchführung mit einer hohen Ausbeute an gasförmigen Produkten. Auch in der Jahrgangsstufe 12 kann dieses Verfahren im Themenbereich *Alkene, Alkine, Polyene* zur Darstellung ungesättigter Kohlenwasserstoffe aus langkettigen Alkanen angewendet werden.

Innerhalb des Themenbereichs *Carbonylverbindungen* ist die mikrowellenassistierte Oxidation von Ethanol an Kupfer(II)-oxid aufgrund der guten Ausbeute an Ethanal eine interessante Alternative zu den in der schulexperimentellen Literatur beschriebenen Versuchen.

Als fakultativen Unterrichtsinhalt für den Leistungskurs Chemie der Jahrgangsstufe 12 beziehungsweise Schwerpunktthema in der Jahrgangsstufe 13 sieht der hessische Lehrplan den Themenbereich *Farbstoffe* vor. Eine wichtige synthetische Farbstoffgruppe sind die Phthalocyanine, die sich im Mikrowellenofen unproblematisch darstellen lassen. Dabei kann auf die Feststoffsynthese als umweltschonender Syntheseweg eingegangen werden. Mit der Mikrowellen-AST-Technik ist außerdem eine Reihe von bedeutenden anorganischen Farbpigmenten darstellbar.

Schulexperimentell ist der Energieeintrag durch Ultraschall im Zusammenhang mit der *Geschwindigkeit chemischer Reaktionen* (Jahrgangsstufe 13) interessant. In dieser Hinsicht kann die Reaktionsgeschwindigkeit eines Reaktanten in Abhängigkeit seines Zerteilungsgrads beobachtet werden. Dabei wird im Verlauf des Versuchs der Zerteilungsgrad durch Ultraschall-Suspendierung, beziehungsweise -Emulgierung heraufgesetzt.

Als Schwerpunktthema werden in dieser Jahrgangsstufe auch *Grenzflächenaktive Substanzen* behandelt. In diesem Zusammenhang werden auch technische Wasch- und Reinigungsverfahren angesprochen. Hier sollte die Ultraschall-Reinigung als zukünftiges und umweltschonendes Verfahren, das zwar auf Tenside nicht verzichten, deren Verwendung jedoch einschränken kann, auch experimentell vorgestellt werden.

Der Struktur eines Spiralcurriculums folgend, werden in der Jahrgangsstufe 13 die Themen *Herstellung von Gebrauchsmetallen* und *Legierungen* noch einmal aufgegriffen und weiter vertieft. Die Struktur-Eigenschafts-Beziehungen stehen hier im Mittelpunkt, welche wohl am besten experimentell untersucht werden können. Mit der Mikrowellen-AST-Technik können nun bei vertretbarem Zeitaufwand beispielsweise Reihenexperimente zur Darstellung und Untersuchung verschiedener Bronzen oder Messinge durchgeführt werden.

Die physikalischen Grundlagen, die zum Verständnis der Erzeugung und Wirkung der Mikrowellenstrahlung nötig sind, werden nach den Vorgaben des hessischen Lehrplans Physik in der Jahrgangsstufe 12 vermittelt und in der Jahrgangsstufe 13 vertieft. Im Themengebiet *Elektrisches und magnetisches Feld* wird als fakultativer Unterrichtsinhalt das Thema *Geladene Teilchen im elektrischen und magnetischen Feld, Anwendungen in Forschung, Technik und Medizin* angegeben. Hier bietet sich in hervorragender Weise eine fächerübergreifende Umsetzung des Themas *Mikrowellen - Erzeugung, Eigenschaften, Nutzung* an. Die Wirkungen des Mikrowellenfeldes auf Stoffe und sich daraus ergebende Anwendungsmöglichkeiten können dabei experimentell im Chemieunterricht erarbeitet werden.

Der Ultraschall und seine Wirkung wird nach den Vorgaben des Lehrplans Physik ebenfalls erst in der Jahrgangsstufe 12 im Themenbereich *Mechanische und elektromagnetische Schwingungen und Wellen* behandelt. Jedoch wird hierbei, wie bereits in der Einleitung des Kapitels erwähnt, das Thema *Ultraschall in Natur und Medizin* explizit für den Projektunterricht vorgeschlagen.

Die Möglichkeiten der Einführung des Themengebiets *Ultraschall und Mikrowelle als nichtklassischer Energieeintragsformen* sind im bestehenden Curriculum der Sekundarstufe I und II für Chemie und Physik vielfältig. Jedoch ist in der Sekundarstufe I die Thematisierung in beiden Fächern nur sekundär und indirekt möglich, da die notwendigen physikalischen und chemischen Grundlagen erst in der Sekundarstufe II vermittelt werden. Der Lehrende sollte daher unbedingt bei Einführung dieser Themen oder der entsprechenden Experimentiertechniken das Vorwissen der Schüler feststellen und entsprechend sorgfältig eine didaktische Reduktion vornehmen. Eine grundlegend fächerübergreifende Behandlung des Themas *Nichtklassische Energieeintragsformen und ihre Nutzung* bleibt der Sekundarstufe II vorbehalten.

### 3 Grundlagen und Entwicklung des nichtklassischen Energieeintrags durch Ultraschall und Mikrowelle

Für physikalische und chemische Stoffänderungen ist die Zufuhr oder Abfuhr von Energie notwendig. Sowohl die Form des Energieeintrags in ein System, als auch die Energieabgabe eines Systems kann dabei unterschiedlich sein (zum Beispiel Wärme, Strahlung, Elektrizität, Druck).

Kulturhistorisch betrachtet ist die Energiezufuhr durch Wärme zur Veränderung eines Stoffes die bedeutendste. Die Wärmeenergie wird dabei entweder durch Wärmeleitung oder Wärmestrahlung auf den Stoff oder das Stoffsystem übertragen. Beispiele für diese Form des Energieeintrags zu nennen erübrigen sich.

Auch die Nutzung von Lichtenergie zur Veränderung von Stoffen oder Materialien ist kulturhistorisch bedeutend. Schon die Ägypter kannten die bleichende Wirkung starken Sonnenlichts und bereiteten lichthärtende lackartige Substanzen zu [18, S. 3402]. Die Photochemie im Sinne der Präparation und Stoffsynthese nimmt zu Beginn des zwanzigsten Jahrhunderts ihren Anfang. Die Möglichkeit der Erzeugung elektrischer Energie durch Stoffreaktionen ist sehr wahrscheinlich ebenfalls schon seit der Antike bekannt [19, S.9]. Die Erforschung und Anwendung der direkten oder indirekten Umwandlung elektrischer in chemische Energie beginnt jedoch erst im 19. und 20. Jahrhundert.

Der Energieeintrag durch Ultraschall und Mikrowellenstrahlung wurde erst in der zweiten Hälfte des 20. Jahrhunderts technisch möglich und damit erforscht. Sehr schnell wurden dabei die spezifischen physikalischen und physikalisch-chemischen Wirkungen dieser Energieeintragsformen erkannt. In der Fachliteratur der achtziger und neunziger Jahre wächst die Zahl der Publikationen, die sich mit Ultraschall oder Mikrowellenstrahlung als Energieeintragsformen in analytischen und präparativen Verfahrenstechniken beschäftigen, sehr stark an. Um Ultraschall und Mikrowellenstrahlung von den etablierten, traditionellen Formen des Energieeintrags abzugrenzen, werden sie mit der Bezeichnung *nichtklassische Energieeintragsformen* zusammengefasst.

#### 3.1 Grundlagen des Energieeintrags durch Ultraschall

Der Frequenzbereich des Ultraschalls schließt oberhalb des Hörbereichs des Menschen an, beginnt also bei 20 kHz und geht bei etwa 10 MHz in den Frequenzbereich des Hyperschalls über.

Diese Definition einschränkend muss jedoch ergänzt werden, dass sich der menschliche Hörbereich, wie oben beschrieben, nur auf Schwingungen, die durch



Luft übertragen werden und auf das Trommelfell treffen, bezieht. Jedoch können auch Ultraschallfrequenzen, die von einem Vibrator auf den Warzenfortsatz, einen kleinen Knochen hinter dem Ohr, direkt übertragen werden, selbst bei mehr als 100 kHz noch einen Höreindruck vermitteln. Dabei sind auch Tonhöhen zu unterscheiden. Bis zu etwa 200 kHz kann sich Ultraschall in Luft ausbreiten. Bei noch höheren Frequenzen nimmt die Reichweite aber stark ab [20].

Das Ultraschallspektrum wird, den Eigenschaften und Anwendungen entsprechend, noch einmal unterteilt: Ultraschall im Frequenzbereich von 20 kHz bis 100 kHz heißt Leistungsschall (power ultrasound) und findet meist physikalisch-technische Anwendung. Im Frequenzbereich 100 kHz bis 1 MHz spricht man von Hochfrequenzschall (high frequency sound), dieser wird bevorzugt in der Sonochemie eingesetzt. Diagnostischer Ultraschall (diagnostic ultrasound) ist Schall im Frequenzbereich von 1 MHz bis 10 MHz. Wichtige Anwendungen findet dieser seit vielen Jahren in der medizinischen Diagnostik, aber auch allgemein in analytischen Verfahren.

Durch Leistungsschall und Hochfrequenzschall kommt es in flüssigen Medien zu Kavitationsvorgängen mit unterschiedlichen Folgeerscheinungen. Darauf beruhen die physikalischen und chemischen Wirkungen des Ultraschalls. Dem diagnostischen Ultraschall kommt keine chemische oder physikalisch-chemische Wirkung zu. Hier nutzt man vielmehr die frequenzbedingt hohe Auflösung der Reflexionsmuster beschallter Körper.

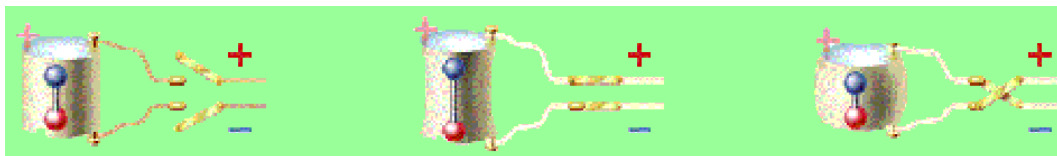
### **3.1.1 Erzeugung von Ultraschall**

Den Frequenzbereich des Ultraschalls wurde erst vor etwa 100 Jahren entdeckt. Francis GALTON entwickelte 1883 das erste Gerät zur technischen Ultraschallerzeugung; eine kurze gedackte Lippenpfeife [21, S.331]. Vom Jahre 1888 an, nach der Entdeckung des piezoelektrischen Effekts durch Pierre CURIE, wurde der Ultraschall weiter wissenschaftlich untersucht [22] und leistungsfähige Ultraschallgeneratoren entwickelt.

Elektrizität ist die Energiequelle bei allen modernen Verfahren zur Erzeugung von Ultraschall. Dabei wird prinzipiell ein Wandler - Transducer genannt - durch elektrischen Wechselstrom oder ein elektromagnetisches Wechselfeld zu hochfrequenten Schwingungen angeregt. Diese Schwingungen werden entweder direkt oder über einen angekoppelten Massekörper an ein meist flüssiges Medium abgestrahlt und in diesem als Ultraschall weitergeleitet [23]. Piezoelektrische Wandlerysteme finden am häufigsten Anwendung in der Ultraschalltechnik. Zwar sind diese mechanisch relativ instabil, haben aber einen guten Wirkungsgrad. Bei bestimmten kristallinen Stoffen, wie zum Beispiel Quarz und Bariumtitanat, treten

bei Verformung durch Druck, Zug oder Torsion elektrische Ladungen an deren Oberfläche auf. Dieses Phänomen wird als piezoelektrischer Effekt bezeichnet. Dieser Effekt ist reziprok: Legt man an einen piezoelektrischen Festkörper eine Spannung an, so kann es zu einer Dimensionsveränderung dieses Körpers kommen. Man spricht hier vom inversen piezoelektrischen Effekt oder besser von Elektrostriktion. Wird eine Wechselspannung angelegt, so kann man einen invers piezoelektrischen Festkörper zu einer elektrostriktiven Schwingung anregen (siehe Abbildung 3) [20].

Es wurden spezielle Piezokeramiken entwickelt, die definierte elektrostriktive Dickenänderungen aufweisen und bei Anlegen eines hochfrequenten elektrischen Wechselstroms zur Ultraschallgeneration geeignet sind [24].

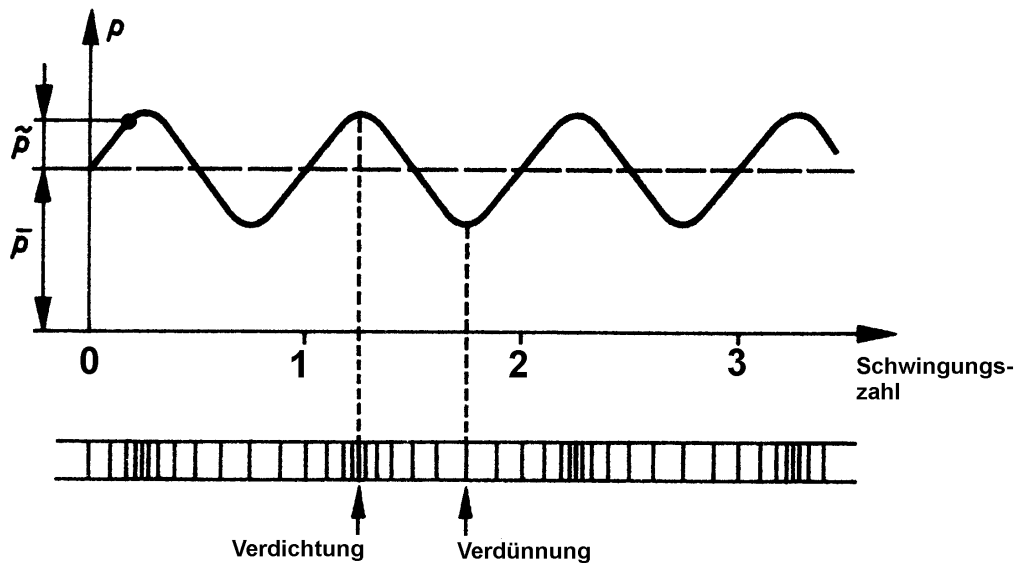


**Abbildung 3:** Dicken deformation einer Piezokeramik beim Anlegen einer elektrischen Spannung und deren Umpolung.

Ganz ähnlich arbeiten magnetostruktive Wandler. Diesen liegen Stoffe zugrunde, die ihre magnetischen Eigenschaften bei Längenänderung wandeln. Magnetostruktive Wandler haben gegenüber den piezoelektrischen Wandlern den Vorteil, dass sie mechanisch stabiler sind. Nachteilig ist der relativ schlechte Wirkungsgrad [25].

### 3.1.2 Akustische Kavitation - Ursache der physikalischen und physikalisch-chemischen Wirkung von Ultraschall

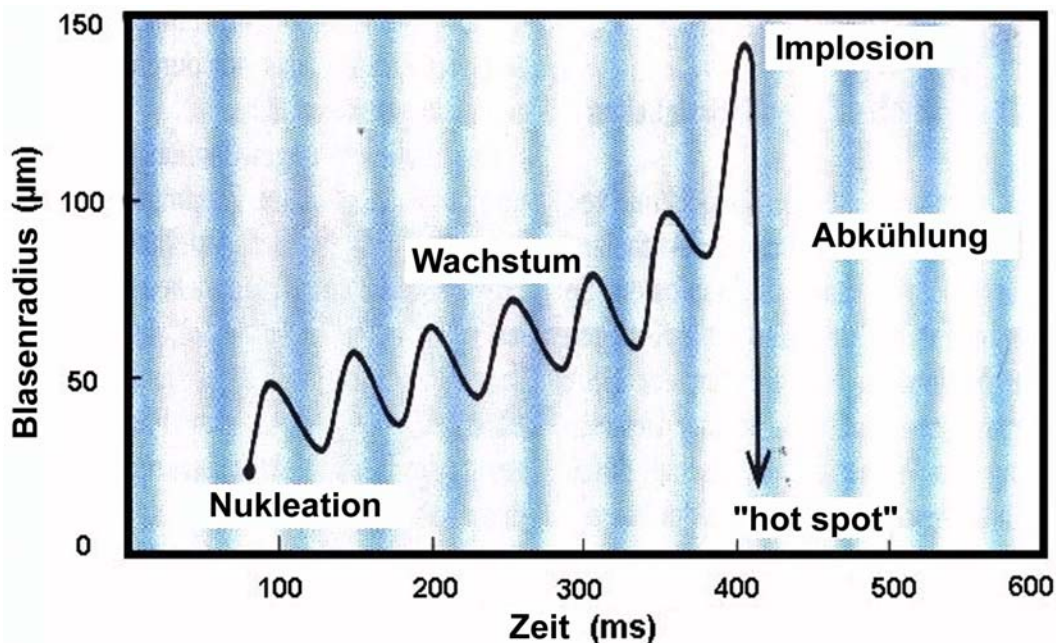
Ultraschall breitet sich in flüssigen Medien als longitudinale Kompressionswelle aus. Kompressions- und Expansionsphase wechseln in jedem Volumenelement der Flüssigkeit im Takt der Frequenz einander ab (Abbildung 4).



**Abbildung 4:** Druck- und Dichteverlauf bei einer Schallwelle  
 $\bar{p}$  = Atmosphärendruck,  $\tilde{p}$  = Schallwechseldruck  $p - p_A$

In der Expansionsphase bildet sich ein relativer Unterdruck. Wenn dabei der Druck in einem Volumenelement unter die Oberflächenspannung der beschallten Flüssigkeit fällt, reißt diese unter Bildung einer Kavitationsblase auf. Dieser erste Vorgang wird als Nukleation bezeichnet. Das Aufreißen geschieht dabei bevorzugt an mechanisch schwachen Stellen, so an Phasengrenzen (z. B. Flüssigkeit - Gefäßwand) oder an festen Verunreinigungen (z. B. Staubkörnern). Die Kavitationsblase ist im Idealfall leer, also ein evakuierter Hohlraum. Real findet man jedoch die Kavitationsblase mit Gas oder Dampf gefüllt. Man spricht von Gasblasen- bzw. Dampfblasenkavitation. Zunächst wächst nun die Kavitationsblase im Laufe einiger Schwingungszyklen. Das Blasenwachstum findet dabei in den Unterdruckphasen des Schallfeldes statt. Das weitere Schicksal der Blase ist aber different. Es ist in der Folge möglich, dass die Blase über viele Schwingungszyklen stabil um einen resonanten Volumenradius schwingt und durch gerichtete Diffusion nur gering weiter wächst. Dieses Phänomen wird als *stabile Kavitation* bezeichnet. Bei einer Ultraschallfrequenz von 20 kHz liegt der Resonanzradius

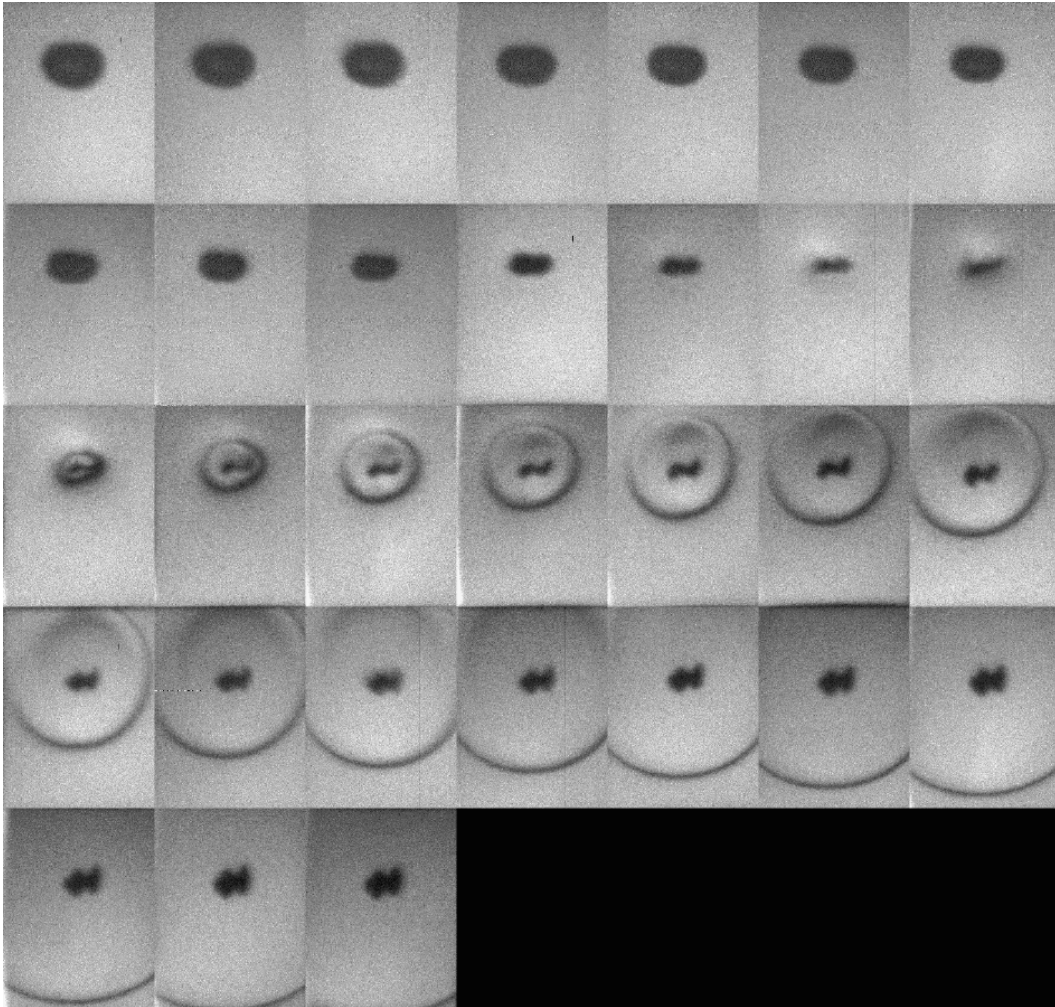
einer Kavitationsblase bei  $300\ \mu\text{m}$ . Die Mehrzahl der Kavitationsblasen wachsen jedoch, nachdem sie Resonanzgröße erreicht haben, also in Resonanz mit der Schallwelle geraten, in der Unterdruckphase rapide an. Dabei nimmt jede Blase sehr viel Energie aus dem Schallfeld auf. Nun kommt es aber bei der nächsten Kompressionswelle zu einem plötzlichen Kollaps der Blase. Die Kavitationsblase implodiert im Nanosekundenbereich und gibt dabei die gesamte beim Wachstum aufgenommene Energie wieder ab (siehe Abbildung 5).



**Abbildung 5:** Kavitationsphasen nach der Hot-spot-Theorie. Die blau-weiße Bänderung gibt die Wechseldruckphasen wieder (verändert nach [34]).

Der gesamte Kavitationsvorgang ist energetisch betrachtet eine Transformation. Die transiente Kavitationsblase wirkt quasi als Energietrafo. Die Energieabgabe geschieht in Form von enormer adiabatischer Erwärmung durch die sehr schnelle Kompression des Gases oder Dampfes in der Blase. Es wurden im Mikroareal um den Ort der Implosion Temperaturen bis  $5.000\ \text{°C}$  nachgewiesen (vergleiche Abschnitt 3.1.4). Die beschriebenen Vorgänge sind in der *Hot-Spot-Theorie* zusammengefasst.

Außerdem beobachtet man bei der Gasblasenkavitation Rückstoßphänomene. Dabei hält das Gas in der Blase den absoluten Kollaps bis zum Radius 0 auf, und es kommt zum Rückstoß der Blasenfront nach außen. Diese erzeugt Schockwellen mit Drücken bis zu  $500\ \text{atm}$  (Abbildung 6) [20, 26-35].

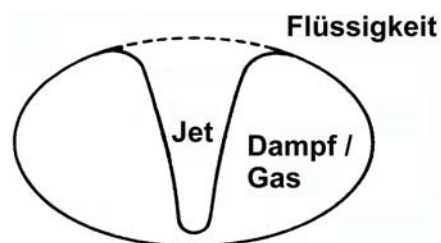


**Abbildung 6:** Momentaufnahmen der Implosionsphase einer Gaskavitationsblase mit Rückstoß [100].

Die Geometrie des Kollapses hängt von der Blasenumgebung ab. Blasen in sauberen, homogenen Medien bewegen sich punktsymmetrisch und implodieren kugelsymmetrisch. Kollabiert eine Kavitationsblase jedoch an einer Phasengrenze, so kommt es zu einer Deformation der Blase und dem Phänomen des Microjet (Abbildungen 7, 8). Dabei deformiert die umgebende Flüssigkeit die Blase zunächst linsenförmig und deltet sie an einer Seite weiter ein. Es kommt zum Microjet, d.h. ein Flüssigkeitsstrahl schießt mit einer Geschwindigkeit von etwa 400 km/h in das Lumen der Blase und trifft auf die gegenüberliegende Blaseninnenwand [22, 26, 27, 31,32, 34-36].



**Abbildung 7:** Hochgeschwindigkeits-Blitzlicht-Mikroaufnahme der Implosion einer Kavitationsblase an einer Phasengrenzfläche [34].

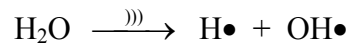


**Abbildung 8:** Unsymmetrisch kollabierende Kavitationsblase mit Ausbildung eines Microjet (schematische Darstellung).

Die erste quantitative, d.h. mathematische Beschreibung des Phänomens der Kavitation gelang im Jahre 1917 LORD RAYLEIGH. Er postulierte schon vor dem experimentellen Nachweis Temperaturen von  $10^4$  Kelvin und Drücke von  $10^4$  bar [37]. Die beim Blasenkollaps auftretenden hohen Temperaturen führen zu den Reaktionen, welche die Sonochemie beschäftigen.

### 3.1.3 Bildung freier Radikale

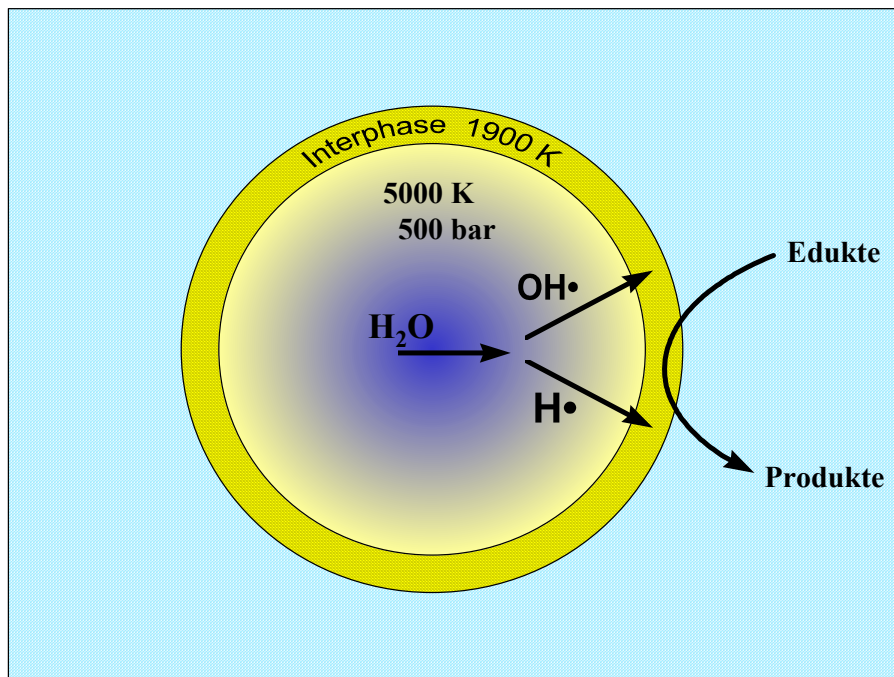
Bei der durch Ultraschall induzierten Kavitation in Wasser können freie Wasserstoff- und Hydroxyl-Radikale nachgewiesen werden, die aus der Homolyse des Wassers stammen [38/39].



Diese Radikale werden als Primärspezies bei den hohen Temperaturen im Lumen der kollabierenden Kavitationsblase homolytisch aus Wasserdampf erzeugt.

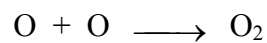
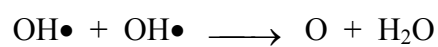
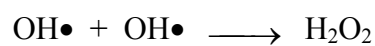
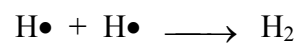
An der Phasengrenzfläche der kollabierenden Blase wurde eine sehr hohe Konzentration an OH-Radikalen ( $10^{-3}$  M) nachgewiesen. OH-Radikale und auch H-Radikale diffundieren in eine mehrere hundert Molekülschichten dicke Interphase und akkumulieren dort. Die Interphase ist durch steile lokale Temperatur- und Druckgradienten charakterisiert. Vor allem ist aber der extreme Polaritätsunterschied innerhalb der Interphase von Bedeutung. Dieser kommt dadurch zustande, dass durch den hohen Druck und die hohe Temperatur der kollabierenden Blase das Wasser an der Phasengrenzfläche, das ist die Interphase, für einige Mikrosekunden in den überkritischen Zustand übergeht. In diesem Zustand ist die Dielektrizitätskonstante des Wassers vermindert. Allgemein diffundieren gelöste Moleküle leicht durch überkritisches Wasser, besonders aber lösen sich hydrophobe Moleküle.

Insgesamt existiert ein Polaritätsgradient zwischen dem polaren Außenmedium Wasser und dem unpolaren Gaslumen der Blase. Für Reaktionen mit den sonolytisch erzeugten OH- und H-Radikalen sind demnach unpolare, das heißt hydrophobe Moleküle prädestiniert. Diese wandern aus dem wässrigen Medium in die Interphase der kollabierenden Kavitationsblase ein und reagieren dort entweder mit den Primärradikalen oder mit deren Rekombinationsprodukten (Abbildung 9).



**Abbildung 9:** Homolyse, Einwanderung in die Interphase und Eduktumsetzung (verändert nach [99]).

Die in der Interphase angereicherten OH- und H- Radikale können zu Wasserstoff  $H_2$  und Wasserstoffperoxid  $H_2O_2$  und über Disproportionierung zu atomarem, schließlich molekularem Sauerstoff rekombinieren [38]:



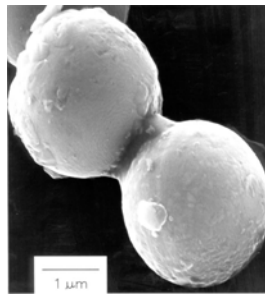


### 3.1.4 Thermische Effekte

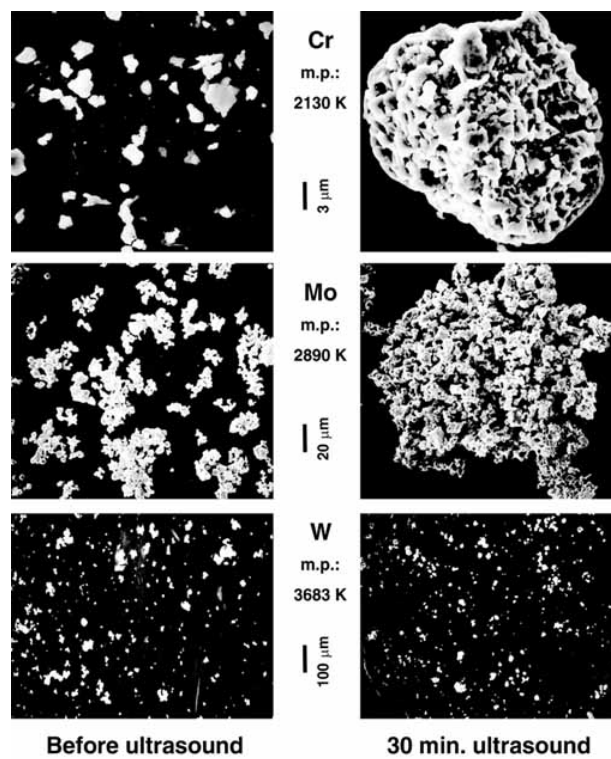
Es konnte ebenfalls gezeigt werden, dass bei der Sonolyse von wässriger Methanollösung  $\text{CH}_3$ -Radikale durch Thermolyse in der Gasphase gebildet werden. Diese Thermolyse konkurriert mit der des Wassers, wobei die Menge an  $\text{CH}_3$ -Radikalen im Vergleich zu den OH- und H-Radikalen unverhältnismäßig groß ist. Das ist damit zu erklären, dass die Aktivierungsenergie zur Spaltung der C-O-Bindung (358 kJ/mol) niedriger ist, als die zur Spaltung der H-O-Bindung (463 kJ/mol). Außerdem ist die Geschwindigkeitskonstante der Thermolyse von Methanol bei 5.000 °C im Vergleich zum Wasser um den Faktor 1.000 größer [34/2, S.125]. Aber auch rein thermische Reaktionen können in der Interphase beobachtet werden, wobei diese besonders effektiv bei unpolaren Verbindungen ablaufen. Diese können nämlich, aufgrund des bestehenden Polaritätsgradienten, von außen kommend tief in die Interphase eindringen. Thermolytisch ist so auch die Bildung von CO bei der Sonolyse von Ameisensäure zu erklären [22/26].

### 3.1.5 Stoßeffekte

Bei der Dampfblasenkavitation kann es zu Stoßwellen kommen, wenn die Blase implodiert (vgl. Abschnitt 3.1.2). Die Teilchen der nächsten Umgebung erfahren durch Übertragung der Stoßenergie extreme Beschleunigungen. Eindrucksvoll stellt sich dieser Effekt an kleinsten Metallpartikeln mit Durchmessern von 5 bis 500  $\mu\text{m}$  dar. Beschallt man solche Metallteilchen in einem flüssigen Medium, so erreichen diese Geschwindigkeiten von bis zu 500 m/s. Kollidieren zwei Metallpartikel dabei miteinander, so kann je nach Metall im Stoßbereich die Schmelztemperatur überschritten werden. Da das flüssige Medium kühlt und die Schmelzzone sofort wieder erstarrt, kommt es nicht zur vollständigen Verschmelzung der beiden Partikel (Abbildung 10). Durch systematische Untersuchungen mit verschiedenen Metallarten lässt sich die beim geschilderten Zusammenprall von Teilchen erreichbare Temperatur ermitteln. Verschmelzung zeigen die Metallpartikel von Zinn, Nickel, Eisen und Chrom. Selbst Molybdän-Kügelchen mit einer Schmelztemperatur  $T_S = 2617$  °C agglomerieren im Ultraschallfeld. Die Mikropartikel von Wolfram mit  $T_S = 3410$  °C lassen sich jedoch nicht durch Ultraschall im flüssigen Medium verschmelzen (Abbildung 11) [35].



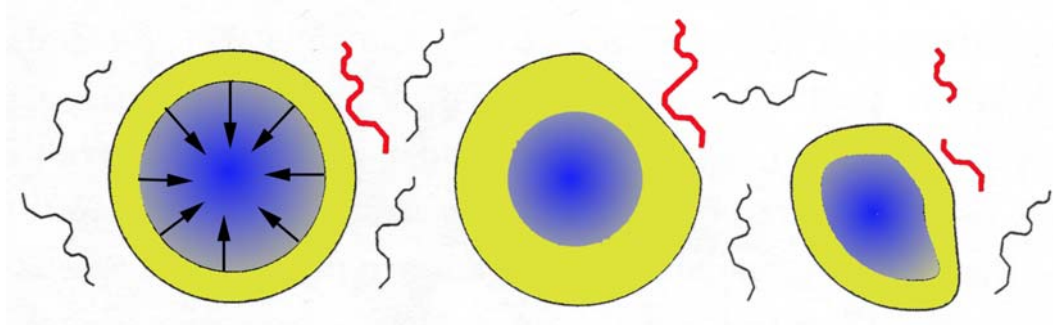
**Abbildung 10:** REM-Aufnahme miteinander verschmolzener Zn-Partikel [100].



**Abbildung 11:** Agglomerationsverhalten verschiedener Metallpartikel [100].

Auch bei Lösungen von Makromolekülen tritt der mechanische Effekt des Ultraschalls in Erscheinung. 1933 wurde zum ersten Mal über die Abnahme der Viskosität von Polymerlösungen durch Beschallung mit Leistungsschall berichtet [27]. Es war dabei schnell klar, dass Ultraschall den Abbau von Makromolekülen verursacht. Lange Zeit wurde jedoch der Mechanismus für dieses Phänomen diskutiert. In den späten vierziger Jahren, nachdem man das Phänomen der Kavitation im Detail verstanden hatte, wurde ein Radikalmechanismus favorisiert. Durch

ALEXANDER wurde dann aber geklärt, dass durch Kavitation nur ein Drittel der Makromoleküle radikalisch abgebaut wird. Der größte Teil der Makromoleküle wird durch Scherkräfte depolymerisiert. Gerät ein Makromolekül beim Kollaps einer Kavitationsblase an die Interphasengrenze, so ist dieses starken Zerrkräften durch den hohen Geschwindigkeitsgradienten und schließlich der resultierenden Schockwelle ausgeliefert. Es kann deshalb zum Bindungsbruch im Makromolekül kommen (Abbildung 12) [26].



**Abbildung 12:** Kettenbruch eines Makromoleküls durch hohe Geschwindigkeitsgradienten beim Kollaps einer Kavitationsblase (verändert nach [26]).

Doch nicht in allen wässrigen Lösungen von Makromolekülen kommt es gleich zum Abbau der Moleküle. Viele Gele verflüssigen sich zwar unter Ultraschalleinfluss, jedoch ist in diesem Fall die starke Abnahme der Viskosität durch Thixotropie begründet. Durch die Kavitation werden die verknäulten Polymerketten starken Schub- und Scherkräften ausgesetzt, was zu einer gleichsinnigen Ausrichtung der Moleküle führt. In der Folge nimmt die Viskosität des Gels ab. Die Viskosität nimmt erst nach einiger Zeit wieder zu [20].

### 3.1.6 Effektivitätsfaktoren

Um einen hohen Energieeintrag in das Reaktionssystem zu erzielen, müssen die Bedingungen für die Kavitation analysiert und optimiert werden. Wünschenswert ist die Bildung großer Kavitationsblasen mit hohem Energieinhalt einerseits und eine adiabatische Implosion der Blase mit maximalem Energie-Output andererseits. Prinzipiell kollabieren aber nur kleine Kavitationsblasen nahezu adiabatisch. Im folgenden werden die beeinflussenden Faktoren beschrieben:

#### Frequenz

Die Frequenz des Ultraschalls bestimmt das Resonanzfeld in der Flüssigkeit. Da die Kavitationsblasen im Resonanzfeld schwingen, hängt ihre Größe somit von der Frequenz ab. Je höher die Frequenz, desto kleiner der Blasenradius [35].

Kleine Kavitationsblasen implodieren nahezu adiabatisch. Radikal-induzierte Reaktionen werden durch die adiabatische Implosion der Blase begünstigt und laufen deshalb besser bei Ultraschallfrequenzen im MHz-Bereich ab.

Große Kavitationsblasen sind zwar energiereicher - es werden beim Kollaps große Scherkräfte frei, aber die Implosion verläuft nicht adiabatisch. Während der relativ langen Implosionszeit wird viel thermische Energie an die Umgebung abgegeben [40].

#### Gelöste Gase

Die Bildung und die adiabatische Implosion der Blase wird stark durch die Art der im flüssigen Medium gelösten Gase beeinflusst. Bei entgasten Flüssigkeiten tritt keine Kavitation auf, da gelöste Gase als Keimbildner fungieren. Gase unterscheiden sich in ihrem spezifischen **Adiabatexponenten  $\kappa$** , das ist der Quotient aus den spezifischen Wärmekapazitäten  $c_p/c_v$  des Gases. Die resultierende Temperatur bei der Implosion hängt nun von  $\kappa$  ab. Es gilt: Je größer  $\kappa$  des gelösten Gases, desto größer der chemische Effekt. Auch die **Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$**  des gelösten Gases beeinflusst das adiabatische Verhalten der implodierenden Kavitationsblase.  $\lambda$  ist für jedes Gas spezifisch, aber auch von der Ultraschallfrequenz abhängig. Mit steigender Wärmeleitfähigkeit des gelösten Gases verläuft die Implosion nicht mehr rein adiabatisch. Der Einfluß von  $\lambda$  ist besonders bei Ultraschallfrequenzen im Kilohertzbereich groß. Die Effektivität lässt sich also steigern, indem man unter einem Gas mit hohem  $\kappa$  und niedrigem  $\lambda$  arbeitet, das heißt, das flüssige Medium mit diesem Gas sättigt. Es bietet sich besonders Argon als einatomiges Gas mit vergleichsweise hohem  $\kappa$  (= 1,66) und niedrigem  $\lambda$  (= 0,0173 W/m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> bei 20kHz) an (Tabelle 1) [22, S.14 / 26, S.18 / 27, S.250].

Gas	Reaktionsrate [mM/min]	$\kappa$	$\lambda$ [ $10^{-2} \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ]
Argon	0,074	1,66	1,73
Neon	0,058	1,66	4,72
Helium	0,049	1,66	14,30
Sauerstoff	0,047	1,39	1,64
Stickstoff	0,045	1,40	2,52
Kohlenmonoxid	0,028	1,43	2,72

**Tabelle 1:** Freisetzung von freiem Chlor ( $\text{Cl}_2$ ) aus einer wässrigen Lösung von Tetrachlorkohlenstoff ( $\text{CCl}_4$ ) im Ultraschallfeld für verschiedene darin gelöste Gase (nach [27, S.250]).

### Temperatur

Erwünscht ist die Bildung von Gaskavitationsblasen, wobei deren Lumen bei der Implosion mit Gas niedriger Wärmeleitfähigkeit und hohem Adiabatenexponenten gefüllt sein soll. Mit steigender Temperatur nimmt aber der Anteil an Solvensdampf in der Blase zu, je näher man an die Siedetemperatur des flüssigen Mediums kommt. Dadurch wird die Wärmeleitfähigkeit des Blasenlumens erhöht, die aus dem Kollaps resultierende innere Temperatur und der resultierende innere Druck der Blase herabgesetzt. Die Effektivität kann hier also durch niedrige Arbeitstemperaturen im flüssigen Medium erhöht werden [38], wobei zu beachten ist, dass das Fluid bei Beschallung ständig Kavitationswärme absorbiert. Arbeitet man mit einem Ultraschall-Reinigungsbad, so kann man zur Kühlung Eis in das Wasserbad geben. Allerdings werden dadurch wiederum die Resonanzbedingungen des Schallfeldes ungünstig verändert.

### Viskosität

In viskosen Flüssigkeiten benötigt der Ultraschall höhere Intensität, um Kavitationsblasen aufzureißen, als in niederviskosen. Sonolumineszenz wird jedoch häufiger bei viskosen Systemen beobachtet.

### Hydrophobizität

Radikalisch induzierte Reaktionen laufen bekanntlich in der unpolaren Interphase der kollabierenden Blase ab. Dies begünstigt Reaktionen, bei denen das Edukt hydrophob ist, da dieses rasch aus dem Medium in die Interphase diffundiert [41].

### 3.1.7 Energetische Betrachtung der akustischen Kavitation

Die extremen Temperaturen im Gaslumen der implodierenden Kavitationsblase von bis zu 10.000 Kelvin und die bei der dramatischen Gasverdichtung auftretenden hohen Drücke weisen die beobachtbaren chemischen Prozesse als Vertreter der Hochtemperatur- oder Plasmachemie aus. Tatsächlich findet man die bei Kavitationsabläufen nachgewiesene Gasionisation, Radikalbildung und Emission elektro-magnetischer Strahlung bei der Chemie der Verbrennung wieder.

Der Energietransfer auf Atome, Moleküle oder sonstige Teilchenverbände erfolgt also bei der Kavitation im Unterschied zur thermischen Energie in einem sehr kleinen Zeitfenster ( $10^{-10}$  sec) (Abbildung 13). Die dabei frei werdende Energie ist die Summe der beim Blasenwachstum transformierten Energiebeträge pro Schwingungszyklus. Die Kavitationsenergie, als das maximale Energiepotential der vor dem Kollaps stehenden Blase, ist also akkumulierte Energie. Mit ihrer Freisetzung werden vorhergehende Energieformen regeneriert:

**Thermische Energie**



**Elektrische Energie**



**Schwingungsenergie**



**(Wechsel-)Druckenergie**

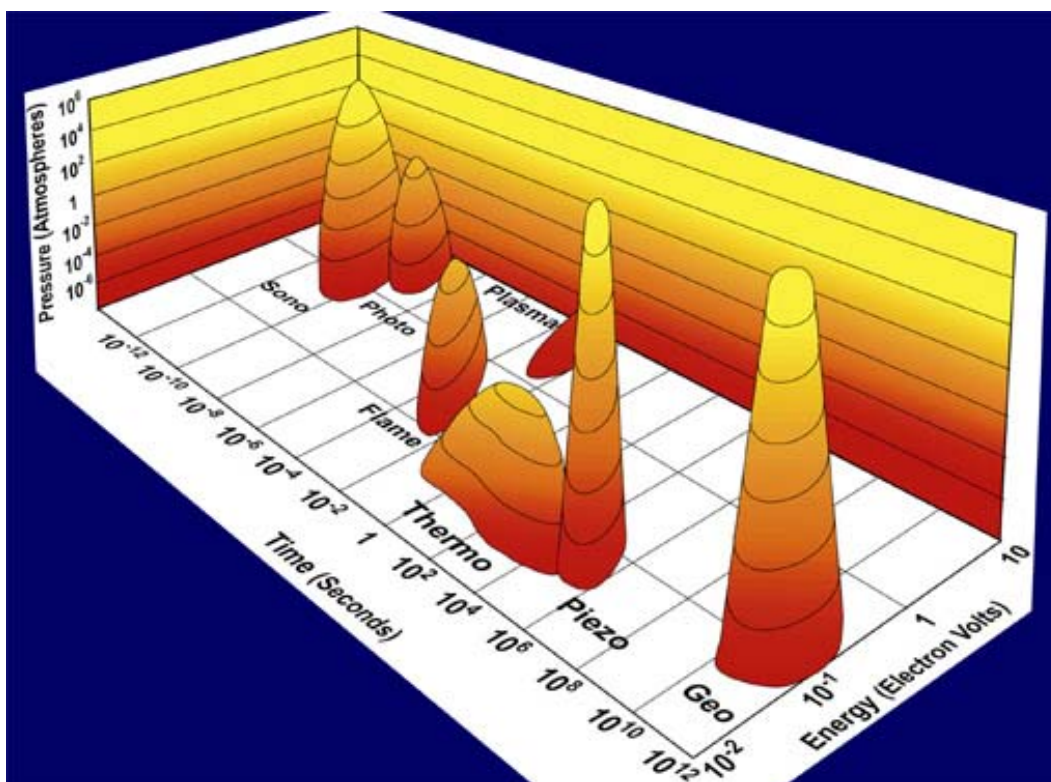


**Kavitationsenergie**



**Thermische Energie und  
(Wechsel-)Druckenergie**

Am ehesten vergleichbar ist die Form des Energietransfers der akustischen Kavitation mit dem der elektromagnetischen Strahlung, obgleich bei dieser nicht solche extremen Drücke erreicht werden.



**Abbildung 13:** Charakterisierung des Energietransfers möglicher Energieformen [100].

### 3.1.8 Sonolumineszenz

Als FRENZEL und SCHULTES in den Jahren 1933-35 mit Ultraschall experimentierten, machten sie eine auch heute noch faszinierende Beobachtung: Während sie reines Wasser beschallten, ging von dem Wasser ein schwaches unruhiges Leuchten aus. Sie stellten bei weiteren Versuchen fest, dass entgastes Wasser kein Licht emittiert. Bei näherer Betrachtung zeigte sich, dass das Leuchten die Summe vieler kleiner transients Leuchtpunkte ist. Sie vermuteten, dass die beobachtete Emission von Licht auf irgendeine Weise durch Kavitation verursacht wird, und jeder Leuchtpunkt den Ort einer kollabierenden Kavitationsblase bezeichnet [42]. Sonolumineszenz kann auch bei einer Reihe wässriger Salzlösungen und bei einigen organischen Flüssigkeiten beobachtet werden. Zunächst wurde das Phänomen bei einer Vielzahl von Flüssigkeiten und Lösungen rein empirisch untersucht. Dabei handelte es sich immer um Vielblasensonolumineszenz (*multiple-bubble sonoluminescence* MBSL) mit relativ geringer Lichtemission (Abbildung 14). Im Experimentalteil dieser Arbeit wird die Sonolumineszenz von Schwefelsäure und Natronlauge nach Kenntnis der Literatur erstmalig beschrieben. Diese ist im Vergleich zu bisher beschriebenen lumineszierenden Systemen (vgl. [43]) von hoher Intensität (siehe Abbildungen 36-38).

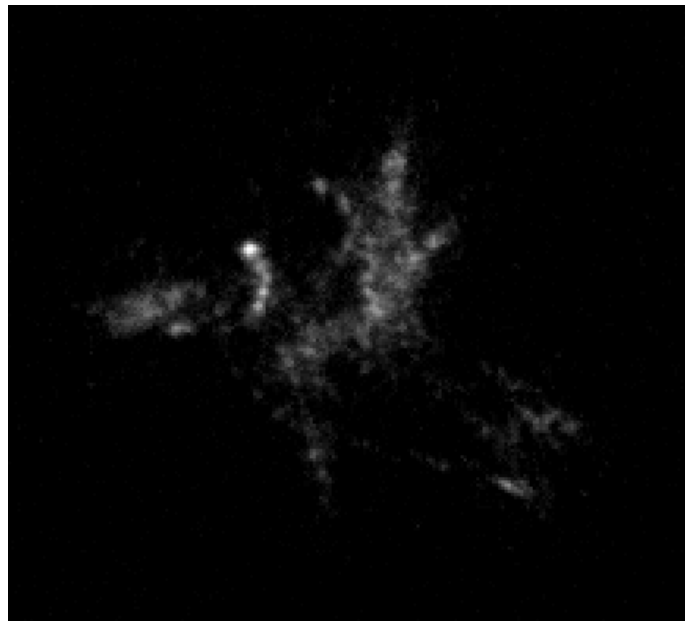
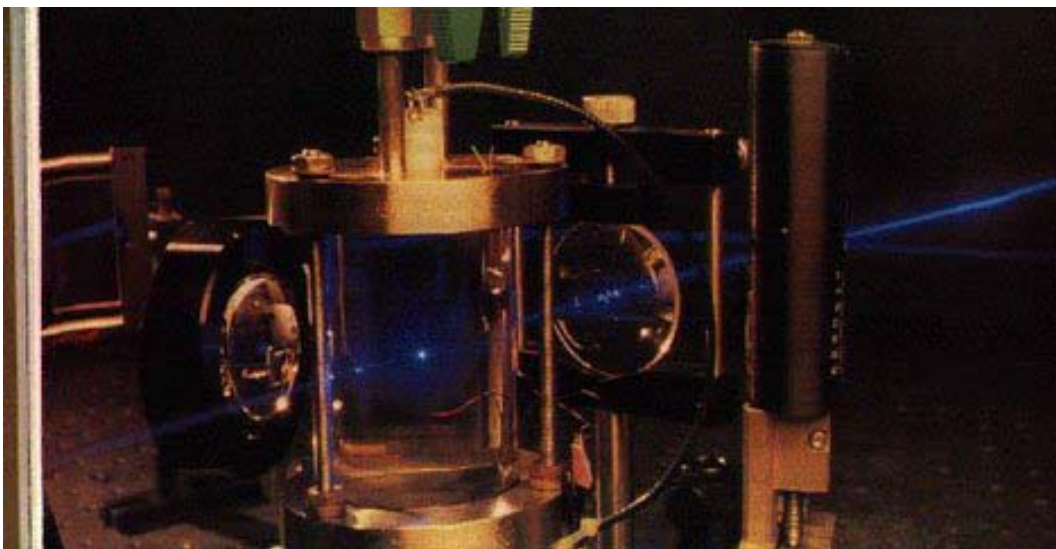


Abbildung 14: MBSL von Wasser [100].



Nachdem die Sonolumineszenz so wie die gesamte Sonochemie aufgrund fehlender Fortschritte der Ultraschalltechnik viele Jahre in Vergessenheit geraten war, begannen erst in den achtziger Jahren wieder intensive Forschungen auf diesem Gebiet. So berichteten SUSLICK und FLINT 1987 über Sonolumineszenz-Spektren von Dodecan, Tetrachlorethan und Nitroethan [44].

Ende der achtziger Jahre gelang es GAITAN durch geschickte Anordnung von Ultraschallgebern um ein Kugelgefäß, einzelne Gasblasen in Wasser und Wasser-Glycerin-Mischungen über viele Schwingungszyklen zu fixieren, stabil zu halten und zur Sonolumineszenz anzuregen (Abbildung 15) [45].



**Abbildung 15:** SBSL einer Luftblase in Wasser [33].

Diese Einzelblasensonolumineszenz (*single-bubble sonoluminescence* SBSL) ist lichtstärker und kann besser reproduziert und untersucht werden als die MBSL. Bei der MBSL überlagern sich die einzelnen Lumineszenzspektren der kollabierenden Blasen. Außerdem wird bei der MBSL die Implosion jeder einzelnen Blase durch die Druckwellen bereits implodierender benachbarter Blasen beeinflusst. Die Analyse der MBSL ist daher schwierig und theoretische Vorhersagen lassen sich experimentell schwer überprüfen. Es ist nicht klar, ob MBSL und SBSL den gleichen Ursprung haben. Deshalb können die Untersuchungsergebnisse der MBSL und SBSL nicht ohne Vorbehalt in eine gemeinsame Theorie übertragen werden. KUTTRUFF gibt in seinem Artikel „Licht aus Schall“ einen guten Überblick über die zur Zeit diskutierten Theorien [30]. Sie reichen von der *Elektrischen Entladungstheorie*, welche durch die ersten empirische Untersuchungen und das *Empirische Postulat* von CHAMBERS 1937 gestützt werden, über die durch neueste For-

schung für die SBSL von HILGENFELDT, GROSSMANN und LOHSE experimentell bestätigte *Mechano-thermische Theorie* [46], bis zum äußerst modernen Vorschlag der Quantenelektronendynamik [47]. Keine der Theorien kann jedoch bisher alle Beobachtungen der MBSL und SBSL umfassend erklären. Im Folgenden soll zumindest das historisch bedeutsame *Empirische Postulat* näher beschrieben werden:

Nach der ersten Beobachtung der Sonolumineszenz des Wassers durch FRENZEL und SCHULTES wurden einige Forschergruppen auf dieses Phänomen aufmerksam und untersuchten andere flüssige Systeme. Bereits 1934 beschrieb ZIMAKOV die Sonolumineszenz einiger wässriger Salzlösungen, so zum Beispiel von Natriumiodid-, Natriumchlorid-, Ammoniumthiocyanat- und Aluminiumsulfat-Lösungen, aber auch von wässrigen Dichlorethanol- und Dichlorethan-Lösungen [48]. CHAMBERS und GAINES untersuchten weitere wässrige und nichtwässrige Lösungen, sowie reine Flüssigkeiten (siehe Tabelle 2) [49]. CHAMBERS fand empirisch eine Korrelation zwischen der relativen Intensität der Lichtemission, der Viskosität und dem Dipolmoment des Fluids (siehe Tabelle 3). Danach ist, mit Ausnahme von Wasser, die apparente Lichtintensität der Sonolumineszenz dem Produkt aus der Viskosität ( $\eta$ ) und dem Dipolmoment ( $\mu$ ) des Fluids direkt proportional [43].

1. Glycerin	8. Dibutylphthalat
2. Nitrobenzol	9. Wasser
3. Ethylglycol	10. n-Butanol
4. o-Nitrotoluol	11. Maisöl
5. iso-Amylalkohol	12. Propanol
6. n-Butylphthalat	13. iso-Propanol
7. Dimethylphthalat	14. Ethanol

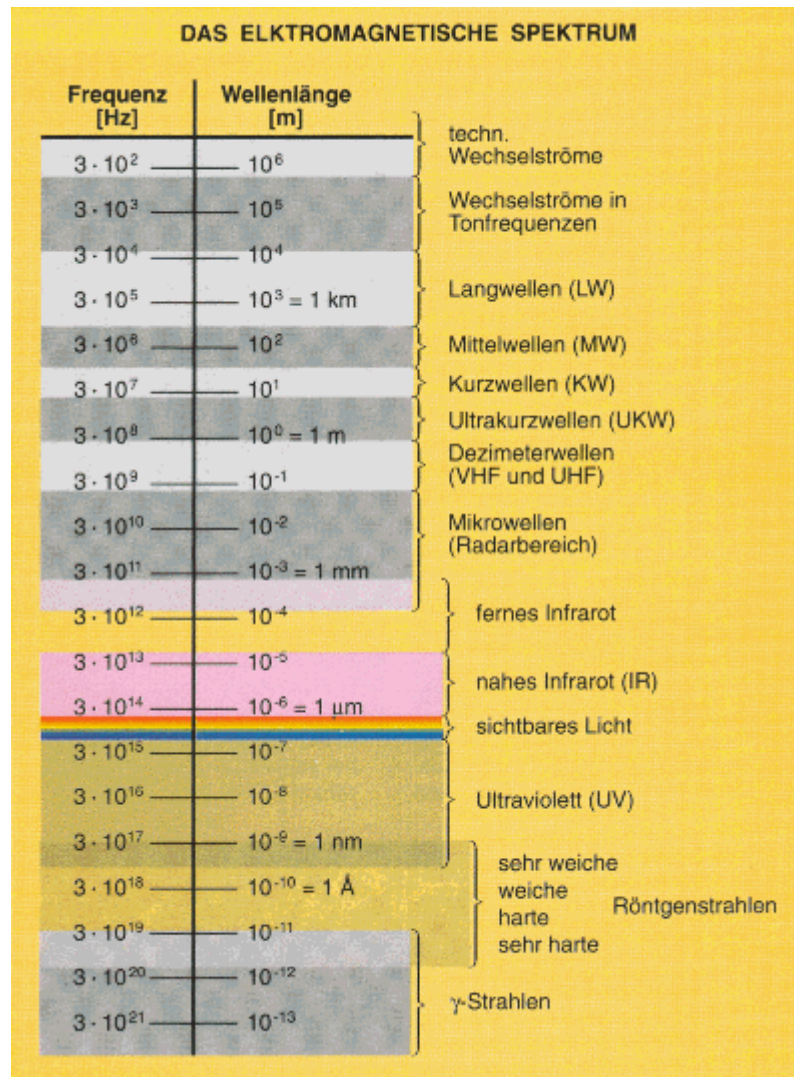
**Tabelle 2:** Auswahl sonolumineszenter Flüssigkeiten geordnet nach sinkender relativer Lichtintensität (1.→ 14.) (nach [43]):

Substanz	$100 \cdot \eta$	$\mu$	$\eta \cdot \mu$	relative sichtbare Lichtemission
Nitrobenzol	2,013	3,90	7,85	+++++
o-Nitrotoluol	2,0	3,75	7,5	+++++
iso-Amylalkohol	3,865	1,85	7,15	++++
Wasser	1,005	1,87	1,88	+++
n-Butanol	2,8	1,74	4,87	+++
Propanol	2,23	1,66	3,70	++
iso-Propanol	1,95	1,78	3,47	++
Ethanol	1,192	1,63	1,94	+
Chlorbenzol	0,751	1,52	1,14	0
Methanol	0,591	1,64	0,97	0
Aceton	0,3	2,70	0,81	0
Essigsäuremethylester	0,478	1,67	0,80	0
Essigsäureethylester	0,44	1,74	0,77	0
Chloroform	0,564	1,10	0,62	0
Ethanal	0,223	2,68	0,60	0

**Tabelle 3:** Relative sichtbare Sonolumineszenz einer Auswahl von Fluiden, deren Viskosität ( $\eta$ ) und Dipolmoment ( $\mu$ ) (nach [43]):

### 3.2 Grundlagen der Stoffwärmung durch Mikrowellenstrahlung

Elektromagnetische Strahlung deren Wellenlänge im Bereich von 1 m bis 1 mm (300 MHz bis 300 GHz) liegt, wird zusammenfassend als Mikrowellenstrahlung bezeichnet. Im gesamten elektromagnetischen Bandspektrum liegt die Mikrowellenstrahlung zwischen der Radiowellen- und Infrarotstrahlung (Abbildung 16).



**Abbildung 16:** Elektromagnetisches Spektrum [20].

Der Haushalts-Mikrowellenofen erzeugt Strahlung mit einer Festfrequenz von 2,45 ( $\pm 0,050$ ) GHz. Diese Arbeitsfrequenz ist für industriell und privat genutzte Mikrowellenöfen festgelegt, um Interferenzprobleme mit Geräten der Telekom-

munikation und des RADAR, die ebenfalls Bandfrequenzen in diesem Bereich benutzen, auszuschließen.

Die Erwärmung bestimmter Stoffe oder Stoffgemische im Mikrowellenfeld beruht hauptsächlich auf zwei Mechanismen, der Polarisation frei beweglicher Dipolmoleküle und der Polarisation elektrischer Ladungsträger (Ionen, Elektronen), die schließlich zu Schwingungen angeregt werden. Zur Spaltung chemischer Bindungen reicht jedoch die Energie eines Mikrowellenquants, welche bei 2,45 GHz etwa 1 Joule beträgt, nicht aus.

Stoffe, die Mikrowellenstrahlung absorbieren und deren Energie in Wärme umwandeln, werden als Mikrowellen-Suszeptoren bezeichnet.

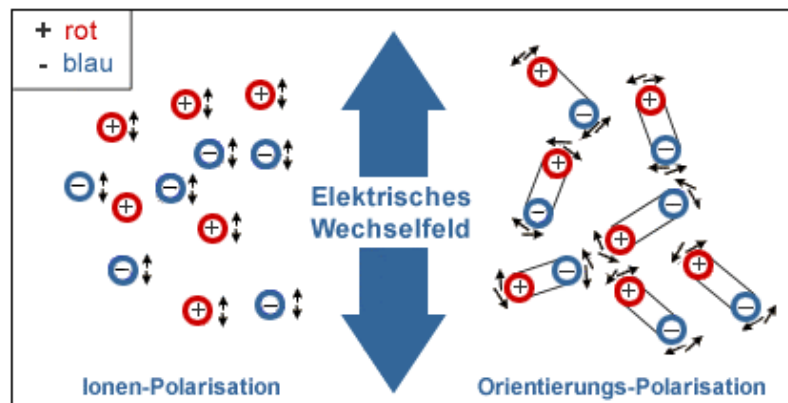
### **3.2.1 Erzeugung von Mikrowellenstrahlung**

Mikrowellenstrahlung entsteht z. B. bei elektrischen Entladungsvorgängen (Gewitter). Auch Mensch und Tier geben neben Wärmestrahlung messbare Leistungen im Mikrowellenbereich ab [20].

Technisch kann man Mikrowellen mit einem Magnetron erzeugen. Dabei handelt es sich um einen Sender, in dem von einer zylindrischen Glühkathode Elektronen emittiert und zu einer umgebenden, hülsenförmigen Anode beschleunigt werden. Auf ihrer Flugbahn werden die Elektronen von einem senkrecht stehenden Magnetfeld durch die dabei auftretende Lorentz-Kraft abgelenkt. Dadurch gelangen die Elektronen tangential an die speziell konstruierte Anodenfläche, so dass sie dort Resonanzschwingungen erzeugen. In einem komplizierten Schwingkreis wird schließlich Mikrowellenstrahlung von einer Antenne des Magnetrons abgestrahlt [50].

### **3.2.2 Dipolanregung im Mikrowellenfeld**

Die Mikrowellenerwärmung gehört zum Gebiet der dielektrischen Erwärmung. Darunter versteht man die Wärmeerzeugung in elektrisch nicht oder nur schwach leitenden Stoffen durch Einwirkung eines hochfrequenten elektrischen Wechselfelds. Voraussetzung für die Erwärmung im elektrischen Wechselfeld ist eine unsymmetrische Molekülstruktur, wie sie z. B. das Wassermolekül aufweist. Die Moleküle dieser Stoffe bilden elektrische Dipole, die sich in die Feldrichtung drehen, wenn sie einem elektrischen Feld ausgesetzt sind (Abbildung 17).



**Abbildung 17:** Ionen- und Dipol-Wechselwirkung im Mikrowellenfeld [101]

Unter Einwirkung eines Wechselfeldes vollführen die Moleküldipole im Takt des hochfrequenten Feldes Rotationsschwingungen. Dabei wird infolge der entstehenden intermolekularen Reibung Hochfrequenzenergie absorbiert und in Wärmeenergie umgewandelt.

Die dielektrischen Eigenschaften eines Stoffes sind durch seine Dielektrizitätskonstante und den dielektrischen Verlustfaktor bestimmt. Die Dielektrizitätskonstante beschreibt die Polarisierbarkeit des Dielektrikums im elektrischen Feld. Sie ist frequenz- und temperaturabhängig. Der elektrische Verlustfaktor gibt die Effizienz der Umwandlung elektromagnetischer Strahlung in Wärme an und resultiert aus den Dämpfungskräften der Polarisation und den aus der Leitungsstromdichte hervorgerufenen Verlusten.

Wird eine Reaktionsmischung im Mikrowellenfeld erhitzt, können die dielektrischen Eigenschaften der Edukte und Produkte entscheidend die Kinetik und damit die Selektivität der Reaktion beeinflussen. Ausführlich werden die Zusammenhänge von MINGOS und BAGHURST diskutiert [51].

### 3.2.3 Anregung elektrischer Leiter im Mikrowellenfeld

Neben der Erwärmung von Dielektrika ist zu beobachten, dass auch die Ladungsträger elektrischer Leiter, zum Beispiel Elektronen oder Ionen, im Mikrowellenfeld polarisiert und dadurch zu Schwingungen angeregt werden. Dabei wird Hochfrequenzenergie absorbiert und aufgrund des elektrischen Widerstands des Leiters in Wärmeenergie umgewandelt.

Im allgemeinen ist dieser Anteil an der Energieumwandlung - insbesondere bei der fast ausschließlich verwendeten Frequenz 2,45 GHz - klein gegenüber dem

Anteil durch Dipolschwingungen. Eine Ausnahme bilden Elektrolyte, Salzlösungen, Salzschnmelzen aber auch glasartige und keramische Stoffe bei höheren Temperaturen. Bei diesen Stoffen kann ein erheblicher Anteil der Erwärmung - steigend mit fallender Frequenz - auf die Ionenbewegung zurückgeführt werden [51]. Metallische Leiter reflektieren den größten Teil der Mikrowellenstrahlung an ihrer Oberfläche. Ist jedoch die Oberfläche des Metallkörpers im Verhältnis zu seinem Querschnitt sehr groß, kommt es zu einer starken Elektronenanregung an der Metalloberfläche, die aufgrund des querschnittsabhängigen elektrischen Widerstands nicht ausreichend über den Metallkörper abgeleitet werden kann. Daraus resultiert eine starke Erhitzung, die zum Funkenabriss führen kann. Diese Situation findet man beispielsweise bei Metallfolien oder metallischen Bedampfungen, aber auch lokal an metallischen Körpern, die Spitzen oder scharfe Kanten aufweisen vor.

Im Besonderen soll hier die sehr gute Suszeptoreigenschaft des Kohlenstoffs in seiner Graphit-Modifikation angesprochen werden: Diese ist mit den im Mikrowellenfeld leicht anregbaren delokalisierten  $\pi$ -Elektronen der  $sp^2$ -hybridisierten Kohlenstoffatome und der Anisotropie der Graphit-Struktur zu erklären. Die elektrische Leitfähigkeit beträgt parallel des Schichtgitters der C-Atome  $2,8 \cdot 10^4 \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ , senkrecht dazu  $5 \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ . Dünne oder kleine polykristalline Graphitkörper können deshalb im Mikrowellenfeld sehr gut erhitzt werden, da der elektrische Widerstand und damit der Verlustfaktor hier auf Grund des geringen schichttiefen Querschnitts relativ hoch ist.

### 3.2.4 Grenzflächenpolarisation

Nähern sich in einem Mikrowellenfeld elektrisch leitfähige Körper oder Partikel einander, kann es zum Aufbau elektrischer Ladungen zwischen den Grenzflächen kommen (Maxwell-Wagner-Effekt) [51, S. 9]. Befinden sich beispielsweise elektrisch leitfähige Partikel suspendiert in einem nichtleitfähigen Flüssigkeitsmedium, bekommt die Suspension Eigenschaften eines Dielektrikums und kann im Mikrowellenfeld erwärmt werden.

In Erscheinung tritt dieser Effekt auch bei Annäherung von zwei angespitzten Graphitstäben im Mikrowellenfeld. Hier kommt es bei geeignetem Positionsabstand der Spitzen zueinander zur Ausbildung eines Lichtbogens.

### 3.2.5 Plasmabildung

Im Gaszustand können eine Reihe chemischer Elemente durch Mikrowellenanregung so stark erhitzt werden, dass der „vierte Aggregatzustand“, der Plasmazustand erreicht wird. Die Atome liegen nun größtenteils ionisiert vor. Im absoluten Plasma sind die Elektronen der Atomhüllen vollständig von den Kernen getrennt. Der Plasmazustand ist äußerst instabil und es erfolgt sehr schnell die Wiedervereinigung der angeregten Elektronen mit dem Atomrumpf. Dabei wird elektromagnetische Energie im UV-Vis-Bereich, zum überwiegenden Teil jedoch einfach Wärmeenergie emittiert.

Technische Anwendungen findet dieses Phänomen bei der Konstruktion sogenannter elektrodenloser Plasmaentladungslampen [52].

## 3.3 Entwicklung des nichtklassischen Energieeintrags

Die spezifischen Eigenschaften und Wirkungen von Ultraschall und Mikrowellenstrahlung eröffnen sehr interessante Arbeitsgebiete sowohl in der chemischen Verfahrenstechnik, als auch in der Grundlagenforschung. Um im Sinne einer nachhaltigen Chemie den Energieverbrauch zu minimieren und Reaktionen gezielt steuern zu können, ist man bemüht, den Energieeintrag in chemische Systeme so effizient wie möglich zu gestalten. Dabei werden auch Wege beschritten und Möglichkeiten untersucht, nichtklassische Energieformen anzuwenden, um Reaktionsabläufe in Hinblick auf Dauer, Produktausbeute und Vermeidung unerwünschter Nebenprodukte zu optimieren. Darüber hinaus gilt das Interesse auch den energetischen Aspekten bei der Aufbereitung von Ausgangsstoffen und Produkten und der Konditionierung von Reaktionssystemen (z. B. Oberflächenaktivierung, Emulgation, Homogenisation, Entgasung u.a.).

Nach wie vor ist aber jeder Fortschritt im Bereich des nichtklassischen Energieeintrags abhängig von der Verbesserung und Weiterentwicklung der Gerätetechnik. Selbst bei teuren und aufwendigen Forschungsgeräten ist die Beherrschung verschiedener Parameter, insbesondere der Feldhomogenität und damit die Reproduzierbarkeit der Versuchsergebnisse problematisch. Trotzdem haben sich verschiedene Verfahrenstechniken, die sich des nichtklassischen Energieeintrags bedienen bereits in der Industrie etabliert.



### 3.3.1 Ultraschall als Energieüberträger

Dass Wechseldruckwellen hoher Frequenz in Flüssigkeiten Stossprozesse unterhalten und damit die Erosion von Materialoberflächen verursachen können, erkannten THORNYCROFT und BARNABY bereits 1895 [53]. Die physikalische Wirkung des Ultraschalls als Energieüberträger konnte jedoch zunächst nur phänomenologisch beschrieben, nicht aber erklärt werden. 1927 kamen Beobachtungen zu chemischen und biologischen Wirkungen des Ultraschalls in Flüssigkeiten hinzu, die RICHARDS und LOOMIS beschrieben [36]. Die Eigenschaften und Wirkungen des Ultraschalls in flüssigen Medien konnten erst 1945 mit der Kavitationstheorie erklärt und genau beschrieben werden [22].

Die Erforschung der chemischen Wirkungen des Ultraschalls schien von den ersten Beobachtungen in den zwanziger Jahren bis zu den siebziger Jahren lediglich von akademischem Interesse. Zudem stagnierte diese aufgrund mangelhafter technischer Möglichkeiten der Hochfrequenzultraschallerzeugung.

#### 3.3.1.1 Überblick materialtechnischer Anwendungen

Großes Interesse am Ultraschall bestand schon bei seiner Entdeckung. Nach dem Untergang der Titanic begann 1912 ein Wettbewerb, eine Methode zur Detektion von Eisbergen zu finden. LANVIN entwickelte daraufhin sehr erfolgreich eine Echoschalltechnik mit Ultraschall. Ab 1917 wurden Ultraschall-Echolote kommerziell in der Seefahrt genutzt [22].

Für den materialtechnischen Anwendungsbereich sind die durch Ultraschall in flüssigen Medien erzeugten Stoßwellen, wie sie bei der Implosion von Kavitationsblasen auftreten, interessant (vgl. Abschnitt. 3.1.2). Deshalb arbeitet man effektiv mit Leistungsschall bis maximal 100 kHz.

In der allgemeinen Lebenswelt ist heute das Ultraschall-Reinigungsbad am bekanntesten. Feinmechaniker, Optiker, Zahntechniker, Archäologen, private Haushalte, u.v.a. schätzen dieses Gerät zur schonenden **Oberflächenreinigung** empfindlicher oder schwer zugänglicher Gegenstände. Sogar Schiffsteile und ganze Flugzeugtriebwerke werden in großen Ultraschall-Reinigungstanks mit einigen Kilowatt Leistung gereinigt.

Als effektive „**Zahnbürste**“ wird Leistungsschall niedriger Intensität zur Zeit erprobt und wahrscheinlich in naher Zukunft auf dem Markt eingeführt. In der zahnärztlichen Praxis steht diese Technik zur **Zahnsteinentfernung** schon länger zu Verfügung.

In der Lebensmittelindustrie, der Pharmaindustrie und im Labor gelingt mit Hilfe des Ultraschalls die stabile **Emulgation** von Öl-Wasser-Gemischen, die **Homogenisation** von Gemischen bei vermindertem Einsatz von Stabilisatoren und die gleichmäßige **Kristallisation** von unterkühlten Flüssigkeiten. Die Hygiene bedient sich des Ultraschalls zur **Sterilisation**: Trinkwasser und Milch werden so zum Beispiel nach mehreren Sekunden Beschallung keimfrei. Kleinstlebewesen und Einzeller können durch Ultraschall getötet werden, da durch die erzeugten Stoßwellen die Zellmembranen zerrissen werden. Diesen Effekt macht man sich aber auch in der Biotechnologie zum **Aufschluss von Zellen** zunutze, da bei dieser Methode der Zellinhalt geschont wird. Diese und die dispergierende Wirkung soll in Zukunft das Klärschlammaufkommen bei der Abwasserbehandlung reduzieren helfen, da bei der Zerstörung von im Klärschlamm lebenden Destruenten zum einen Enzyme freigesetzt werden, welche die biologischen Abbauvorgänge beschleunigen und zum anderen deren Zellwasser an die Umgebung abgegeben wird und dem Schlamm leichter entzogen werden kann.

Die therapeutische Medizin zerstört bei der **Tumorbehandlung** erfolgreich pathologisches Gewebe im Gehirn sowie Nierensteine (extrakorporale **Stoßwellen-Lithotripsie**): Leistungsschallwellen werden durch als Hohlspiegel angeordnete, phasenrichtig gesteuerte Piezokeramiken außerhalb des Körpers erzeugt und auf wenige Quadratmillimeter des kranken Gewebes bzw. auf den Nierenstein fokussiert. Ultraschallenergie wird im Gewebe als Wärme absorbiert und kann lokal als „**mikroskopische Massage**“ den Stoffwechsel im Gewebe erhöhen. Chronisch rheumatische Leiden und Neuralgien können gelindert werden [20 / 54, S. 581].

Leistungsschall hoher Intensität wird beim **Formschleifen** auf einen nach Wunsch geformten Metallstempel aus Weicheisen oder Messing durch Ankopplung eines Ultraschall-Transducers übertragen. Der Stempel wiederum steht über einen dünnen Flüssigkeitsfilm mit der Oberfläche des zu schleifenden Werkstücks in Kontakt. Es wird nun durch starke ultraschallbedingte Oberflächenerosion die Struktur des Stempels in das Werkstück eingeschleift. Ähnlich funktioniert auch das **Bohren und Fräsen** von harten Materialien wie Metall, Stein, Keramik und Glas mit Ultraschall: Die Flüssigkeitspartikel des Kontaktfilms zwischen schwingender Masse und Werkstück werden extrem beschleunigt und treffen mit hoher Geschwindigkeit auf das Werkstück auf, was zur schnell voranschreitenden lokalen Erosion der Werkstoffoberfläche führt. Auch das **Schweißen** von Metallen und Kunststoffen ist mit Leistungsschall hoher Intensität möglich.

Im Labor ist mit der Anwendung von Leistungsschall eine einfache Möglichkeit zur **Atomisierung** von Metallschmelzen u.ä., zur Herstellung von **Aerosolen** und zur **Entgasung** von Flüssigkeiten gegeben [20]. **Extraktionen** können extrem beschleunigt werden [55].

Neuerdings werden **Ultraschall-Wasservernebelungsgeräte** als Dekorationsobjekte angeboten. Dabei wird Wasser durch einen Ultraschall-Resonator vernebelt;

der Wassernebel wallt am Wassergefäß zu Boden. Kurz vor der Markteinführung steht die **Ultraschall-Waschmaschine** zur schonenden und umweltfreundlichen Textilpflege. Während des Waschganges wird die Wäsche einem Ultraschallfeld ausgesetzt, was dazu führt, dass Schmutzpartikel durch Kavitation besser aus den Textilfasern gelöst werden. Dadurch reduziert sich der Waschmitteleinsatz drastisch.

Abschließend soll noch eine rein mechanische Kuriosität, ein in den siebziger Jahren in der ehemaligen UdSSR entwickelter Ultraschallmotor, erwähnt sein. Technisch interessant ist dieser, da er im Gegensatz zu Elektromotoren frei von Magnetfeldern ist, obgleich er eine variable Drehzahl von bis zu 300 U/min mit Vor- und Rückwärtslauf bei geringer Trägheit besitzt. Der etwa im Durchmesser zwei Zentimeter große Rotor des Motors wird durch einen als Stator funktionierenden Piezo-Schwinger, der mit einer Arbeitsfrequenz von 20-30 KHz zu Längs- und Biegeschwingungen angeregt wird, angetrieben [20].

### **3.3.1.2 Sonochemie**

Besonders in neuerer Zeit (ab 1980) gewinnt die Sonochemie zunehmend an Interesse. Der Einsatz von Ultraschall in der Chemischen Industrie wurde lange Zeit durch fehlende technische und verfahrenstechnische Voraussetzungen behindert.

Die chemische Wirkung von Ultraschall beruht auf Kavitationsprozessen, die durch Leistungultraschall, ungleich effektiver noch durch Hochfrequenzultraschall, in flüssigen Medien erzeugt werden (vgl. Abschnitt 2.1). Sonochemische Reaktionen sind also nur in solchen Systemen möglich, die mindestens eine flüssige Phase besitzen. Die vier sonochemischen Effekte sind:

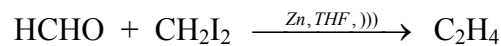
- 1. Bildung lokaler Überhitzungszonen**
- 2. Erzeugung von Schockwellen**
- 3. Radikalbildung**
- 4. Beschleunigung von Stoffaustausch- und Phasengrenzprozessen.**

Erste Forschungen und Entdeckungen gehen auf RICHARD und LOOMIS zurück, die 1927 als erste im *Journal of the Chemical Society* über „The chemical effects of high frequency sound waves“ berichteten [36].

Die Liste der Anwendungsmöglichkeiten ist heute sehr umfangreich. Im folgenden werden deshalb die sonochemischen Anwendungen von Leistungs- und Hochfrequenzultraschall anhand ausgesuchter Beispiele vorgestellt, die für die Entwicklung von Schulversuchen interessant erscheinen:

Zur Beschleunigung chemischer Reaktionen sind zunächst ebenfalls die physikalischen Effekte des Leistungsschalls von Bedeutung.

**Entgasung** des flüssigen Reaktionsmediums beschleunigt Reaktionen mit gasförmigen Produkten. Beispielsweise läuft die Ethen-Synthese aus Formaldehyd und Diiodmethan im USB mit guter Ausbeute ab [27, S.290]:



**Dispergierung** von festen oder flüssigen Reaktionspartnern im kavitierenden Reaktionsmedium:

Alkalimetalle lassen sich kolloidal in nichtwässriger Lösung darstellen und reagieren wesentlich schneller. So verläuft die Dieckmann-Kondensation von Adipinsäurediethylester und kolloidalem Kalium in Toluol mit 83 % Ausbeute schneller als herkömmliche Verfahren [56].

In heterogenen Reaktionen werden die Phasen sehr fein gemischt, wodurch eine größere Reaktionsfläche erreicht wird. Reaktionen von schwer löslichen Salzen, wie zum Beispiel Hydroxiden, Alkoxiden und Hydriden werden gefördert, wobei der limitierende Faktor die kleine Austauschfläche und der schlechte Stoffübergang ist.

Die **Aktivierung der Oberfläche** von Feststoffen, insbesondere der von Katalysatoren, beruht auf der Entfernung passivierender Schichten (Oxide, Sulfide) durch die bei der Kavitation an der Phasengrenze auftretenden Schockwellen, Microjets und Partikelbeschleunigungen. Außerdem wird die Katalysatoroberfläche durch pitting (*engl. „Krater in die Oberfläche machen“*) stark vergrößert [27]:

Passivierende Oxidschichten inhibieren meist sehr die Reaktion von Aluminium mit Halogeniden. Im Ultraschall laufen diese glatt ab.

Hydrierungen mit Platin, Palladium oder Rhodium laufen effektiver ab, wenn das Katalysatormetall vor und während der Reaktion mit Ultraschall behandelt wird.

Nickel erreicht durch Ultraschallbehandlung eine um den Faktor 105 höhere Katalysatoraktivität und ist so dem Raney-Nickel vergleichbar (Abbildung 18).



**Abbildung 18:** Nickeloberfläche vor (oberes Bild) und nach (unteres Bild) Einwirkung von Ultraschall [100].

Flüssige Alkane lassen sich durch Ultraschall, teilweise sogar unter Sonolumineszenz, **cracken** [27/44].

Lösungen von polymeren Stoffen wie Polymethacrylsäure, Polyacrylamid, Stärke, Polystyrol und Polysacchariden werden zu niedermolekularen Produkten abgebaut. Diese **Depolymerisation** beruht auf den mechanischen Effekten des Ultraschalls (vgl. Abschnitt 3.1.5) [22/26/27].

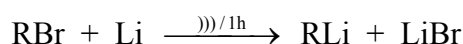
Auch die **Polymerisation** von z. B. Nitrobenzol und insbesondere die **Pfropf- und Blockcopolymerisation** verschiedener Edukte, z. B. Polystyrol und Polymethylmethacrylat wird durch Ultraschall initiiert. Die Reaktionsraten von **Suspensions- und Emulsionspolymerisationen** werden gesteigert. Dies wird durch ultraschall-induzierte oxidative Entfernung von Verunreinigungen, Verdrängung des Inhibitors Sauerstoff durch Entgasung, Aktivierung autokatalytischer Prozesse und Verhinderung vorzeitiger Agglomeration erklärt [27, S. 271 / 57].

Am Beispiel der **Sonolyse des Pentacarbonylisen-Komplexes** kann dargestellt werden, dass Ultraschall als Energiequelle charakteristische Wirkungen auf chemische Reaktionen hat und deshalb vom rein thermischen Energieeintrag und von photochemischen Reaktionsabläufen zu unterscheiden ist (vgl. Abschnitt 3.1.7).

Erhitzt man den Komplex, so zerfällt er; elementares Eisen und Kohlenstoffmonoxid bleiben zurück. Die Einwirkung von Licht hingegen führt zu einem Komplex, in dem zwei Eisenatome mit neun Carbonylliganden verbunden sind. Lässt man auf den Pentacarbonylisen-Komplex Ultraschall einwirken, so bildet sich ein Cluster, bestehend aus drei Eisenatomen, umgeben von zwölf Carbonylliganden [34].

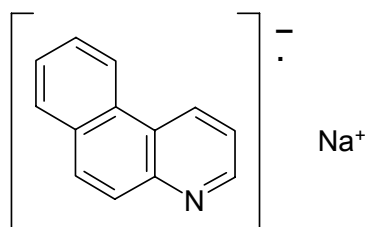
Die **Herstellung organometallischer Verbindungen** gelingt unter vereinfachten Reaktionsbedingungen, d.h. auch in feuchten Lösungsmitteln mit sehr guter Ausbeute:

n-Propyl-, n-Butyl- und Phenyllithium kann mit einer Ausbeute > 90 % aus dem entsprechenden Bromid und Lithiumdraht hergestellt werden.



Die Grignardsynthese kann im Ultraschallbad auch in feuchtem Ether initiiert werden, läuft bei geringeren Temperaturen ab und ist meist in weniger als einer Stunde beendet.

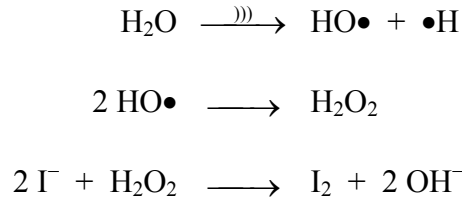
Die Synthese von Isobenzochinolin-Natriumsalz (Abbildung 19) z. B. läuft im Ultraschallbad in 45 Minuten vollständig ab, während ohne Beschallung die Reaktion erst nach 48 Stunden beendet ist. Auch unübliche Grignardsynthesen lassen sich durch vorhergehende Beschallung von Magnesium in Naphtalin durchführen, wobei ein Radikalanion gebildet wird und Magnesium aktiviert vorliegt.



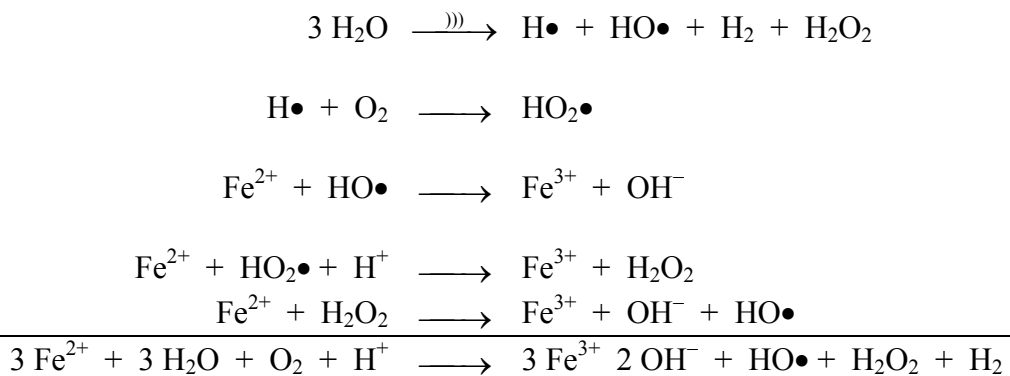
**Abbildung 19:** Isobenzochinolinradikal-Natriumsalz

**Oxidationen** von Edukten in wässrigen Lösungen durch Ultraschalleinwirkung stehen in den meisten Fällen mit der Radikalbildung bei der Implosion von Kavitationsblasen in Verbindung. So werden in die Interphase eingewanderte Reduktionsmittel durch Sauerstoff und Wasserstoffperoxid, welche durch Rekombination der Radikale gebildet werden, oxidiert (vgl. Abschnitt 3.1.3).

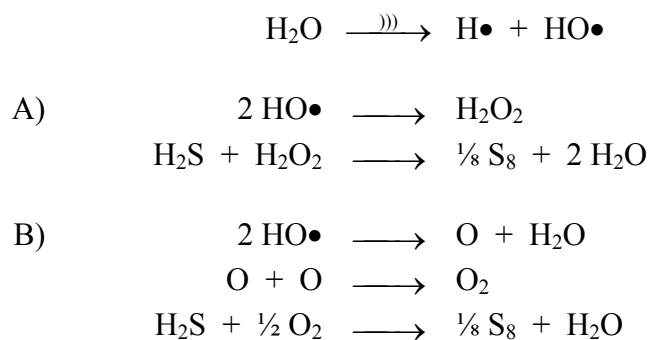
Iodid-Ionen werden in kavitierenden Lösungen innerhalb von Minuten zu Iod oxidiert. Dieses lässt sich mit Stärke als blauer Iodstärke-Komplex nachweisen:



Eisen(II)-Ionen werden in sauerstoffgesättigter, schwefelsaurer Lösung durch sonolytisch gebildete H- und OH-Radikale zu Eisen(III)-Ionen oxidiert. Diese Reaktion verläuft quantitativ und ist somit als Dosimeter („FRICKE-Dosimeter“) zur Bestimmung der effektiven Radikalbildungsintensität bei Radiolyse und Sono-lyse brauchbar [22].

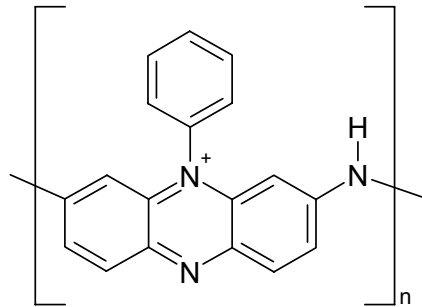


Gelöster Schwefelwasserstoff wird zu elementarem Schwefel oxidiert. Dieser liegt kolloidal in Lösung vor.



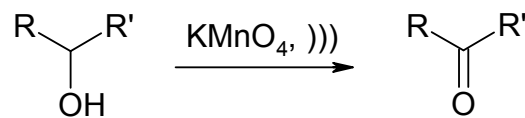
Nicht-wässrige Lösungen einiger organischer Farbstoffe werden unter Einwirkung von Ultraschall entfärbt. Das erste Beispiel einer solchen Sonolyse ist die Entfärbung des Diphenylpicrylhydracyl-Radikals in Methanol [57].

Anilin wird im Ultraschallbad nach ca. 5 Minuten durch eingeleiteten Sauerstoff zu dem Farbstoff-Pigment Anilinschwarz (Abbildung 20) oxidiert [20].

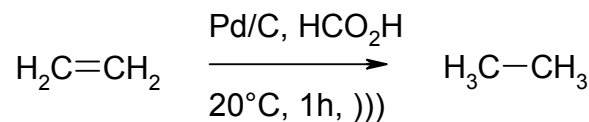


**Abbildung 20:** Funktionelle Einheit Phenazin des Anilinschwarz

YAMAWAKI, SUMI, ANDO UND HANAFUSA beschreiben Oxidationen mit festem Kaliumpermanganat in nicht-wässrigem Medium. So lassen sich Alkohole in Hexan oder Benzol im Ultraschallbad einfach durch kristallines  $\text{KMnO}_4$  zum Aldehyd bzw. Keton oxidieren [58].



Relativ milde Reaktionsbedingungen werden bei der katalytischen **Hydrierung** von Alkenen möglich: Im USB wird z. B. Ethen durch Ameisensäure innerhalb einer Stunde zu 95-100% zu Ethan hydriert. Katalysator dieser Reaktion ist ein mit Palladium bedampfter Kohlenstoffträger [59].

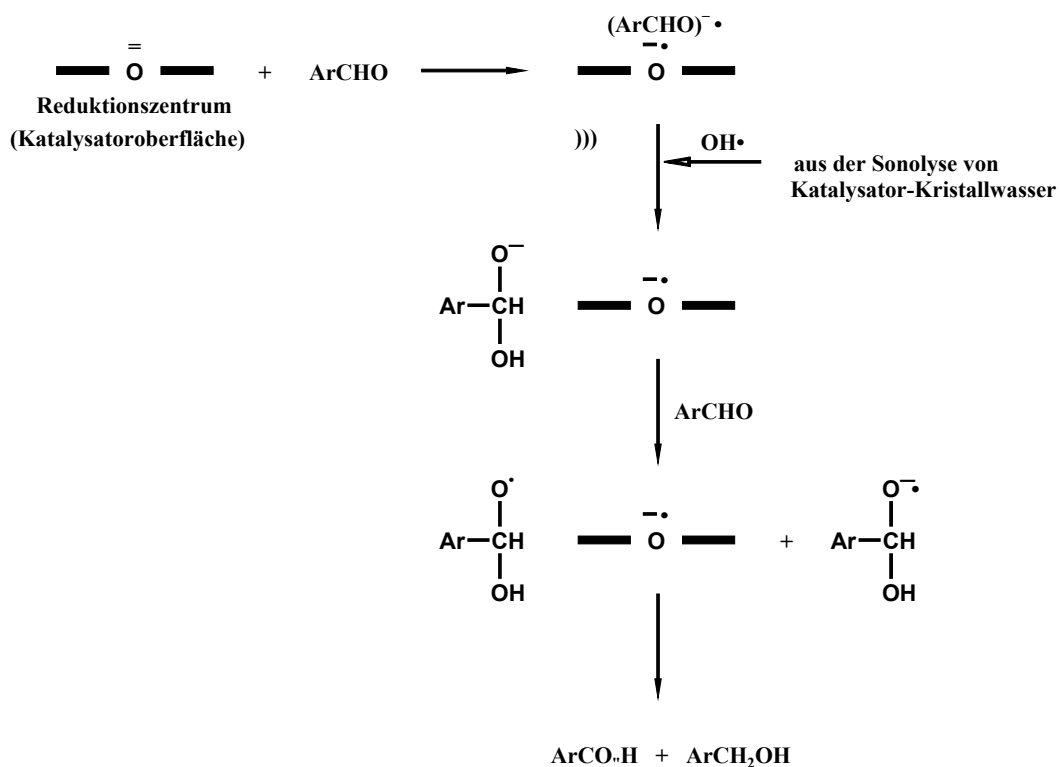


Auch die Hydrierung von Soja-Öl gelingt unter relativ milden Bedingungen: Durch das flüssige Soja-Öl wird bei  $180^\circ\text{C}$  und 800 kPa Wasserstoff geleitet. Als Katalysator eignet sich 1% festes Kupferchromit  $\text{Cu}_3[\text{Cr}(\text{OH})_6]_2$  oder 1% ultraschall-aktiviertes Nickel. Die Reaktionszeit wird dabei durch Ultraschall beträchtlich herabgesetzt [60].

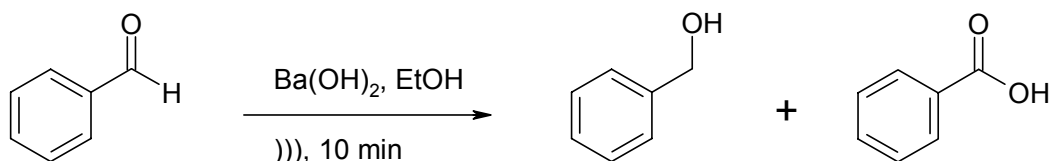


Alkoholische Getränke können durch intensive Beschallung künstlich gealtert werden, indem die Veresterung unter gleichzeitigem Abbau von Säuren, Aldehyden und Fuselölen beschleunigt wird [20].

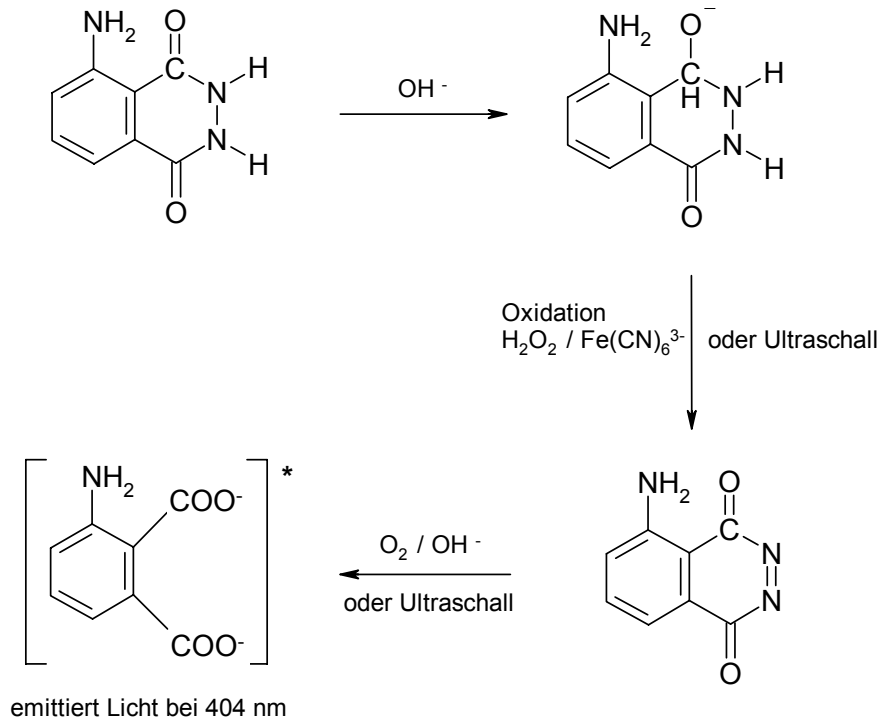
Die **Cannizzaro-Reaktion** lässt sich heterophasisch mit festem Bariumhydroxid  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 0,8 \text{ H}_2\text{O}$  oder  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{ H}_2\text{O}$  oder Kaliumcarbonat  $\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 1,5 \text{ H}_2\text{O}$  als Katalysator, der durch Ultraschall aktiviert wird, in Ethanol durchführen. Innerhalb von 10 Minuten ist die Reaktion mit einer Ausbeute von 100 % beendet, während ohne Ultraschall in diesem Zeitraum keine Reaktion stattfindet. Die Katalyse ist durch einen Ein-Elektronentransfer gekennzeichnet [61]:

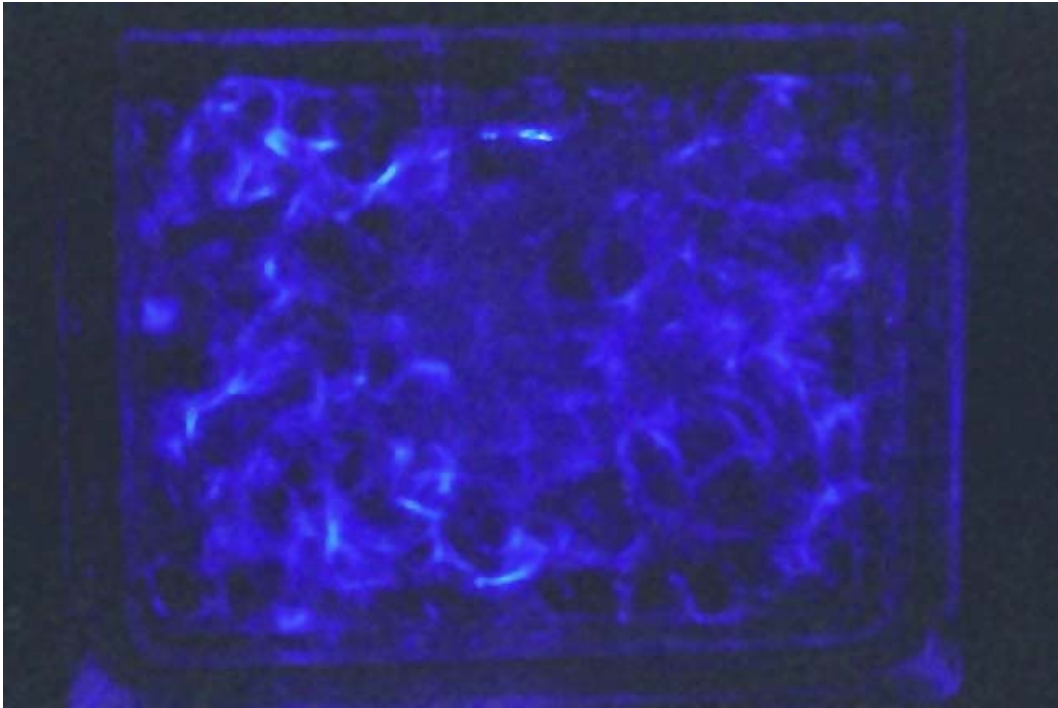


FUENTES und SINISTERRA berichten über die *Cannizzaro-Reaktion* von Benzaldehyd, welche katalysiert durch Bariumhydroxid-octahydrat (alternativ Kaliumcarbonat-sesquihydrat) heterophasisch (fest-flüssig) im Ultraschallbad stattfinden soll [61].



**Chemilumineszenz** zeigen alkalische Luminollösungen. Hier handelt es sich nicht um Sonolumineszenz im eigentlichen Sinne (vgl. Abschnitt 3.1.8). Das wahrnehmbare Leuchten der Lösung kommt vielmehr durch eine ultraschallinduzierte chemische Reaktion des Luminols mit Lichtemission im visuellen Bereich zustande (Abbildung 21).





**Abbildung 21:** Luminol-Chemilumineszenz [100].

Die chemische Wirkung des Ultraschalls wird in gegenwärtigen Forschungsprojekten gezielt für den **Abbau von Schadstoffen** wie z.B. 1,2-Dichlorethan und Chlorethen in Problemabwässern zu nutzen versucht. Die bei der Kavitation ablaufenden thermischen und thermisch-oxidativen Prozesse sollen die leichtflüchtigen organischen Schadstoffe zu mindergiftigen Produkten umsetzen [62/63].

In Zukunft werden Ultraschallanwendungen wohl am ehesten chemisch-technische Bedeutung bei der Produktion von Feinchemikalien und bei **Vitaminsynthesen** erlangen. Ultraschall könnte hier zum Beispiel bei der Dehydratisierung, der Decarboxylierung und der Umlagerung von Alkinolen in der Synthese von Bausteinen zur Herstellung von Vitaminen neue Wege eröffnen [64].

### 3.3.1.3 Gerätetechnik

Ultraschall ist vielfältig einsetzbar, wenn es gelingt, den Energieeintrag in das Medium definiert und reproduzierbar zu handhaben. Zur Zeit konzentrieren sich deshalb viele Bemühungen auf das Gebiet der Gerätetechnik und die mathematische Beschreibung von Schallfeldern. Es sollen Reaktoren für unterschiedliche Anwendungen und Anforderungen entwickelt werden, die Ultraschallfelder homogener Energieintensität nach berechneten Matrizen liefern.

Ultraschallbäder finden in unterschiedlichen Ausführungen häufig in Werkstätten und Haushalten Anwendung und werden dort zur intensiven Reinigung feinmechanischer und empfindlicher Gegenstände benutzt. In Laboren sind sie darüber hinaus sehr nützliche Hilfsgeräte zur Konditionierung von Flüssigkeiten (Entgasung, Homogenisation, u. a.). Solche Geräte arbeiten mit einer Festfrequenz von 35 kHz, also im Leistungsschallbereich. Die Anschaffungskosten für einfache Kleingeräte liegen bei etwa 250 € (Stand 2003).

Ein Ultraschall-Reinigungsbad (Abbildung 22) ist im Prinzip eine Stahlwanne, an deren Boden Piezotransducer angeklebt sind. Bei Betrieb ist die Wanne in jedem Fall mit einem flüssigen Überträgermedium (meist Wasser) gefüllt.

Die vom Transducer erzeugte Schwingung wird auf die Bodenfläche der Wanne übertragen und von dieser als Ultraschall an das Medium abgestrahlt. Es wird also immer das gesamte Reaktionsvolumen beschallt. Entweder wird nun der zu behandelnde Gegenstand direkt in die Wanne gelegt oder ein Reaktionsgefäß in Kontakt mit dem Kopplungsmedium gebracht.



**Abbildung 22:** USB SONOREX der Firma BANDELIN.

Für sonochemische Anwendungen kommen als Reaktoren verschiedene Typen von Ultraschallgeräten zum Einsatz. Drei Grundtypen sollen näher beschrieben werden:

Das **Ultraschall-Reinigungsbad** stellt die einfachste und preiswerteste Alternative dar, Sonochemie zu betreiben. Das USB hat bei seiner Anwendung in der Sonochemie allerdings entscheidende Nachteile [27]:

Der reale Energieeintrag in das Reaktionssystem ist nicht quantifizierbar und hängt von der Größe und Geometrie der Wanne bzw. des Reaktionsgefäßes ab. Auch die Wandstärke und Position des Reaktionsgefäßes ist entscheidend für die Intensität und Homogenität des im Reaktionsraum resultierenden Ultraschallfeldes.

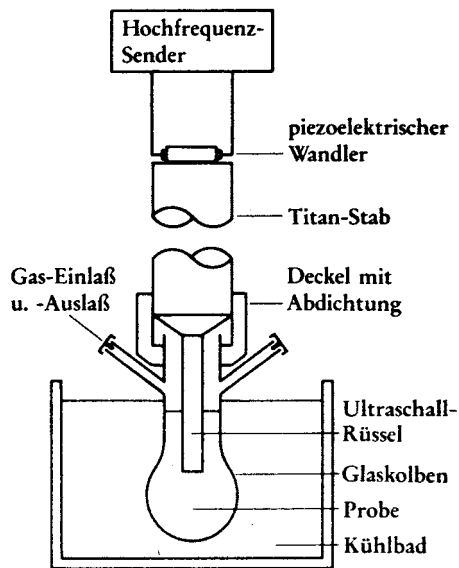
Während des Betriebs kommt es zur Erwärmung des Überträgerfluids. Erwünscht ist jedoch eine möglichst konstant niedrige Temperatur des Mediums und des Reaktionssystems (vgl. Abschnitt 3.1.6). Abhilfe kann geschaffen werden, indem man im Falle von Wasser als Überträgermedium Eis zur Kühlung zugibt. Allerdings kommt es dadurch zu Reflexionserscheinungen und Inhomogenitäten im Schallfeld, was zu einer Minderung der Intensität des Ultraschalls führt.

USB arbeitet bei fest eingestellten Frequenzen im Bereich des Leistungsultraschalls und einer Leistungsdichte um  $1 \text{ W} / \text{cm}^2$ . Sonochemische Prozesse laufen in diesem Bereich aber nur sehr eingeschränkt ab (vgl. Abschnitt 3.1.2).

Beim **Immersions-Ultraschallsender** wird der Ultraschall ebenfalls piezoelektrisch generiert, jedoch auf die sogenannte Sonotrode („sonic horn“, einem angekoppelten Titanstab, übertragen und von diesem direkt in die Reaktionsflüssigkeit abgestrahlt (Abbildung 23). Man erreicht auf diese Art ein relativ homogenes Schallfeld, vor allem aber hohe Leistungsdichten, je nach geometrischer Ausführung des Titanstabes, von  $50$  bis  $500 \text{ W} / \text{cm}^2$  [28]. Immersions-Ultraschallsender werden häufig für die Sonochemie verwendet und sind überwiegend mit einer festen Arbeitsfrequenz im Bereich des Leistungs- oder Hochfrequenzultraschalls ausgestattet. Angeboten werden aber auch Geräte mit variabel einstellbarer Arbeitsfrequenz in den genannten Ultraschallbereichen. Im Labor werden sie vielfältig zum Homogenisieren, Emulgieren, Suspendieren, Dispergieren, für den Aufschluss von Zellen, zum Entgasen von Flüssigkeiten und für sonochemische Anwendungen anwendbar. Allerdings kosten solche Geräte, je nach Ausstattung  $2000$  bis  $5000 \text{ €}$  (Abbildung 24) [65].



**Abbildung 23:** SONOPULS  
HD 2070 der  
Firma  
BANDELIN



**Abbildung 24:** Immersions-  
Ultraschallsender  
für die Sonochemie  
(Schema)

In der Technik bemüht man sich generell, zur Steigerung der Produktivität chemische Prozesse kontinuierlich durchzuführen. Die Konstruktion einer neuen Generation von **Ultraschall-Durchflussreaktoren** soll dieses Ziel für sonochemische Verfahren erreichen. Diese können zur Beschallung großer Flüssigkeitsmengen, die zur Erzielung der erwünschten Beeinflussung durch den Ultraschall nur relativ kurz im Schallfeld verweilen müssen, eingesetzt werden. Das können Vorgänge der Emulgation, Extraktion, aber auch sonochemische Kurzzeitprozesse sein, wie zum Beispiel die Aquasonolyse zum Abbau von Schadstoffen in Abwässern. In Durchflussreaktoren ist zwar das beschallte Volumen klein, dadurch aber die Leistungsdichte entsprechend hoch (zum Beispiel 5 kW mit einer Füllmenge von 1,3 m<sup>3</sup>) [55, S. 955 / 62].

### 3.3.2 Mikrowellenfelder zur Stoffwärmung

Ungewöhnlich erscheint die „Karriere“ des Mikrowelleneinsatzes zur Stoffwärmung. Gehen Entwicklungen doch meist den Weg vom Labor zur kommerziellen Nutzung, ist es hier umgekehrt. Mikrowellengeneratoren wurden zunächst für RADAR-Ortungstechnologien während des Zweiten Weltkriegs entwickelt, bis man eher beiläufig feststellte, dass sich bestimmte Stoffe, insbesondere Wasser, in ausreichend starken Mikrowellenfeldern sehr schnell erwärmen lassen. Die Entwicklung von Mikrowellenöfen zielte nun zunächst auf Kommerzialisierung ab. Bereits 1947 wurde in Amerika der erste Mikrowellenofen für den privaten Haushalt auf den Markt gebracht. In den meisten Küchen findet man heute einen Mikrowellenofen - umgangssprachlich kurz *Mikrowelle* genannt - zum Erwärmen von Speisen und Getränken.

Allgemein wird Mikrowellenstrahlung überall dort Anwendung finden, wo thermisch schlecht leitende, aber mikrowellen-absorbierende Materialien und Substanzen erwärmt werden sollen oder eine schnelle und homogene Erwärmung erwünscht ist. Zur Zeit werden Mikrowellentechnologien als energie- und kostensparende Alternative in den meisten Bereichen erst erprobt.

#### 3.3.2.1 Überblick mikrowellenthermischer Anwendungen

Schon seit etwa fünfzig Jahren werden Mikrowellen für Erwärmungsprozesse in sehr unterschiedlichen Technologiebereichen eingesetzt. Anwendungen im Bereich der Lebensmitteltechnik zum Trocknen, Auftauen, Kochen, Backen, Sprühtrocknen, Sterilisieren oder Pasteurisieren sind zur Zeit noch in der Mehrzahl. Seit zwanzig Jahren gewinnen vor allem Trocknungsverfahren, zum Beispiel von Kartoffelchips an Bedeutung [66]. Hoffnungen liegen aber auch in ganz anderen Bereichen, wie zum Beispiel der schonenden Extraktion von Schadstoffen aus belasteten Böden oder deren Pyrolyse. Die Verbesserung des fermentativen Aufschlusses von Biomasseabfällen im Rahmen der Grünen Bioraffinerie könnte ebenfalls durch Einsatz der Mikrowelle gelingen [67, S. 219-230]. Höchstes Interesse gewinnt die Mikrowellenerhitzung in jüngster Zeit im Bereich der Hochtemperaturtechnik unter anderem zum Sintern von Keramiken, Beschichten von Materialoberflächen oder einfach zum Trocknen und Brennen von Sanitärkeramik, Ziegeln und Porzellan. Bei der Erzverarbeitung könnten Erze in großen Mikrowellenöfen geröstet werden [67, S. 98-143]. Verbreitung finden spezielle Mikrowellenöfen in der Rückstandsanalytik zum Pyrolysieren und Veraschen unterschiedlichster organischer und anorganischer Proben.

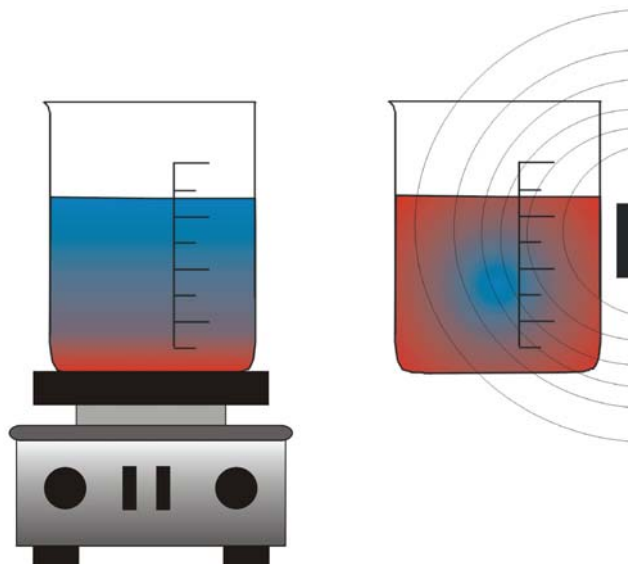
### 3.3.2.2 Der Mikrowellenofen im Haushalt

Der Mikrowellenofen setzt sich als Küchengerät zum Erwärmen von Speisen und Getränken immer mehr durch. Als Vorteilhaft wird diese Erwärmungsmethode gegenüber dem konventionellen Herd oder Ofen in Hinblick auf Zeitersparnis und Gleichmäßigkeit der Erwärmung des eingestellten Kochguts beschrieben.

Diese Vorteile können zumindest theoretisch begründet werden:

Beim Erwärmen auf der Kochplatte besteht zunächst ein starker Temperaturgradient zwischen der Kochplatte und dem zu erwärmenden Körper (Abbildung 26). Durch Wärmeleitung beziehungsweise Konvektion nimmt die innere Energie des gesamten Körpers zu, der Temperaturgradient wird kleiner. Bei Flüssigkeiten und beweglichen Festkörpern (z.B. Pulvern) wird dieser Vorgang durch Rühren oder Umwälzen vorteilhaft unterstützt.

Im Mikrowellenfeld geschieht die Erwärmung eines Körpers im Vergleich zur Kochplatte häufig homogener und deshalb schneller, da über die gesamte Körperoberfläche Energie eingetragen wird (Abbildung 26). Voraussetzung ist jedoch, dass sich dem zu erwärmenden Körper auf diesem Weg überhaupt Energie zuführen lässt. Die meisten Lebensmittel und Getränke lassen sich, da sie wasserhaltig sind, hervorragend im Mikrowellenofen erwärmen. Allerdings ist die Eindringtiefe der Mikrowellenstrahlung begrenzt. Die tiefergehende Erwärmung geschieht, wie bei der Erwärmung auf der Kochplatte über Wärmeleitung beziehungsweise Konvektion.



**Abbildung 26:** Temperaturgradient in einem Flüssigkeitsvolumen, erwärmt auf einer Heizplatte (links) und im Mikrowellenofen (rechts). (Farbdarstellung: Die Temperatur steigt von blau nach rot).



### 3.3.2.3 Mikrowelleneinsatz in der Organischen Synthesechemie

Traditionell werden Reaktionsansätze in der Organischen Synthesechemie mittels Ölbad, Sandbad oder Heizmantel erhitzt. Problematisch ist hierbei insbesondere bei großen Reaktionsansätzen die langsame Wärmeübertragung vom Heizmedium über die Gefäßwand in den Reaktionsansatz, wodurch es zur Entwicklung eines drastischen Temperaturgradienten mit lokaler Überhitzung kommen kann.

Im Vorteil dazu erfolgt bei der Mikrowellenerwärmung der Energieeintrag in die Reaktionsmischung unmittelbar. Die Erwärmung ist hier gleichmäßiger, so dass lokale Überhitzung wird vermieden. Geeignete mikrowellentransparente Reaktionsgefäße bestehen zum Beispiel aus Laborglas oder Teflon.

Während die Mikrowellenerwärmung im Bereich der Anorganischen Chemie schon seit dem Ende der siebziger Jahre genutzt wird, findet sie in der Organischen Chemie erst Mitte der achtziger Jahre des vergangenen Jahrhunderts Eingang. Gründe dafür sind die mangelnde Kontrollierbarkeit, Reproduzierbarkeit dieser Technik, weiterhin Sicherheitsaspekte und fehlendes Grundlagenwissen.

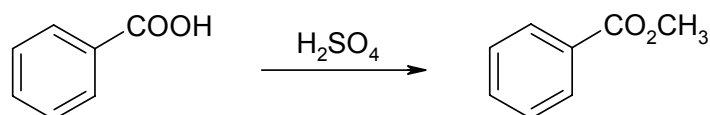
Mit Beginn der neunziger Jahre nimmt dann jedoch die Anzahl der Arbeiten und Publikationen, welche die Verwendung des Mikrowellenofens für anorganische und organische Synthesen beschreiben, exponentiell zu. Seitdem wurden im Labormaßstab sehr zahlreiche Synthesen unter mikrowellen-initiierten Bedingungen mit dem Resultat einer zum Teil drastischen Verkürzung der Reaktionszeit bei vergleichbarer Produktausbeute durchgeführt. Unerwünschte Nebenreaktionen konnten dabei nicht selten unterdrückt, auf Lösungsmittel teilweise verzichtet werden.

Diesen Aufschwung brachten zum einen die Entwicklung sehr preisgünstiger Haushalts-Mikrowellenöfen, zum anderen hoffnungsvolle Arbeiten zu lösungsmittelfreien Syntheseverfahren, welche die Sicherheit der Experimente verbesserte.

Untersucht wurden in den letzten Jahren zahlreiche Beispiele wie Veresterungen, Umesterungen, Diels-Alder-Reaktionen, Hydrolysen oder die Herstellung von Farbpigmenten [68]. Eine Übersicht mikrowellen-assistierter organischer Synthesen geben LIDSTRÖM, TIERNEY, WATHEY UND WESTMAN [70], so wie HAYES [102]. In dieser Arbeit sollen lediglich an einigen Beispielen die Vorteile der Nutzung dieser nichtklassischen Energieform aufgezeigt werden:

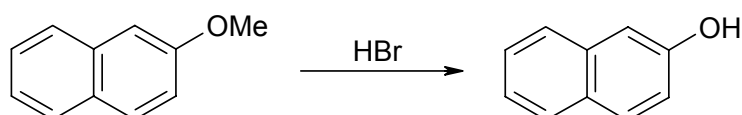
Im klassischen Darstellungsverfahren zur Veresterung von Benzoesäure mit Methanol wird die Säure mit dem Alkohol in einem Rundkolben gemischt. Nach Zugabe von wenig Schwefelsäure, die als Katalysator dient, wird der Ansatz im Kolben in einem Ölbad erwärmt. Ein aufgesetzter Rückflusskühler sorgt dafür, dass weder verdampfende Produkte noch Edukte verloren gehen.

Zum Erwärmen des Reaktionsgemischs durch Mikrowellen befindet sich dieses in einem für diese Anwendung speziell konstruierten und dicht verschlossenen Teflonbehälter, der für Mikrowellen durchlässig ist. Bei der Reaktion bildet sich durch das Erwärmen des Reaktionsgemisches ein Überdruck. Wie der tabellarische Vergleich zeigt, lässt sich auf diese Weise die Reaktionszeit von 80 Minuten auf eine Minute verkürzen!



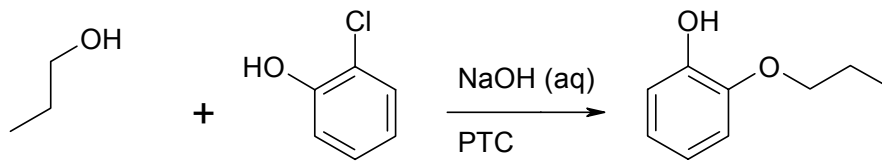
	konventionell	Mikrowellengerät
Lösungsmittel	Methanol	Methanol
Reaktionstemperatur	65 °C, Rückfluss	120 °C (Druck = 50 psi)
Ausbeute	92%	92%
Reaktionszeit	80 Minuten	1 Minute

Interessant erscheint auch die Spaltung von Ethern durch Eintrag von Mikrowellenenergie. Die Gewinnung von Naphthol aus Naphthylmethylether erfordert bei Einwirkung von Bromwasserstoff eine Reaktionszeit von 72 Stunden. Im Mikrowellenofen – ebenfalls wie im obigen Beispiel in einem geschlossenen Teflongefäß – verkürzt sich die Zeit auf nur 5 Minuten.

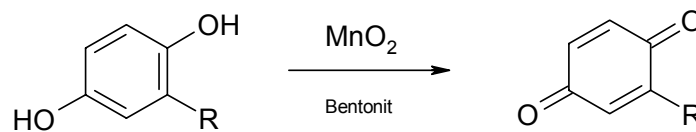


	konventionell	Mikrowellengerät
Lösungsmittel	Essigsäure	Essigsäure
Reaktionstemperatur	115 °C, Rückfluss	138 °C (Druck = 90 psi)
Ausbeute	81%	80%
Reaktionszeit	72 Stunden	5 Minuten

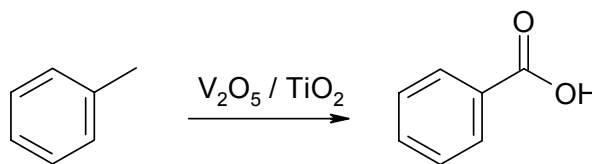
Zur mikrowellenassistierten nucleophilen Substitution am Aromaten liegen sehr vielfältige Publikationen vor. Ein interessantes Beispiel ist die Bildung von 2-Propoxyphenol mit Hilfe eines Phasentransferkatalysators.



Der Energieeintrag durch Mikrowellenstrahlung bietet sich besonders bei Oxidationsreaktionen an, da einige Oxidationsmittel gute Mikrowellensuspendoren sind. Mangandioxid bietet sich hier als Oxidationsmittel für Festphasenreaktionen an. Trägersubstanz kann zum Beispiel Bentonit sein. Die Darstellung von Chinonen gelingt auf diese Weise mit Ausbeuten bis zu einhundert Prozent.



Auch Vanadiumpentoxid eignet sich sehr gut als Oxidationsmittel bei der mikrowellenassistenten Synthese. Benzaldehyd lässt sich so im Vergleich zum konventionellen Syntheseverfahren in wesentlich kürzerer Zeit mit einer Ausbeute von etwa 70 Prozent durch Oxidation von Toluol darstellen.



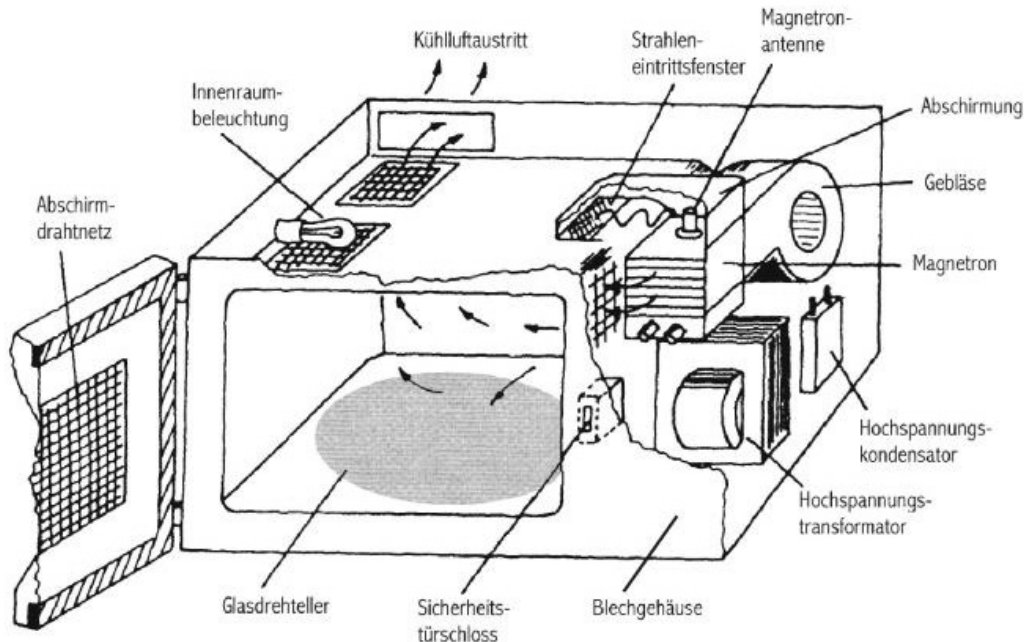
### 3.3.2.4 Gerätetechnik

Die schon angesprochene Entwicklung sehr preisgünstiger Haushalts-Mikrowellenöfen Mitte der achtziger Jahre des vergangenen Jahrhunderts sorgte dafür, dass im chemischen Labor zu Beginn der Forschungsarbeiten lediglich die haushaltüblichen Mikrowellenöfen zur Anwendung kamen. So wird in den Publikationen der achtziger und auch noch der neunziger Jahre ausschließlich deren Verwendung beschrieben [70].

Zwar werden seit den achtziger Jahren auch spezielle Labor-Mikrowellenöfen gebaut, jedoch sind diese aufgrund des hohen Entwicklungs- und Konstruktionsaufwandes nach wie vor sehr teuer.

Der Haushalts-Mikrowellenofen ist in seiner Konstruktion relativ einfach: Die Mikrowellenstrahlung wird von der Magnetronantenne direkt oder über einen kurzen Wellenleiter in den Ofen-Innenraum eingestrahlt. Der Innenraum wird

durch Blechwände streng hermetisch abgeschlossen. Das Fenster der Ofentür ist mit einem perforierten Metallblech (Drahtnetz) versehen, so dass der Innenraum auch während des Ofenbetriebs eingesehen werden kann (Abbildung 27).



**Abbildung 27:** Konstruktionsschema eines Haushalts-Mikrowellenofens (verändert nach [51])

Durch die engen Löcher der Perforation kann die Mikrowellenstrahlung aufgrund der Wellenlänge nicht durchstrahlen, sondern wird reflektiert. Tritt die Mikrowellenstrahlung also in den Ofenraum, wird sie zu allen Seiten von den Wänden reflektiert und es bildet sich ein dreidimensionales Muster stehender Wellen aus. Durch Interferenz kommt es zur Feldmodulation und es entsteht ein Feldmuster mit Bereichen sehr hoher und sehr niedriger Strahlungsintensität, die als *hot and cold spots* bezeichnet werden. Aus diesem Grund hängt die Effektivität der Erwärmung eines Körpers im Mikrowellenfeld, insbesondere wenn er relativ klein ist, auch von der Positionierung im Ofenraum ab!

Die Abmessung des Ofenraums ist so gestaltet, dass sich die *hot spots* möglichst gleichmäßig über das Feldmuster verteilen und beträgt typischerweise 30 x 30 x 20 cm. Allerdings wird das Feldmuster durch das Einstellen des zu erwärmenden Körpers wiederum verändert. Die Feldgeometrie ist also kaum festzulegen.

Das Problem der Feldinhomogenität ist für die im Haushalt eingesetzten Mikrowellenöfen technisch z. B. durch Einbau eines Glasdreh Tellers partiell gelöst. Das zu erhitzende Gut wird auf diese Weise im Mikrowellenfeld gedreht und so ausreichend homogen erhitzt. Für die Reproduzierbarkeit von Experimenten ist diese Lösung jedoch nicht ausreichend.

Die Reproduzierbarkeit der Experimente die in einem Mikrowellenofen zum Erhitzen einer Substanz oder einer Substanzmischung durchgeführt werden, verlangt unter anderem nach einem homogenen Mikrowellenfeld genau festgelegter Geometrie. Der Reaktionsansatz soll gleichmäßig bei festgelegter Feldintensität erhitzt werden können.

Ein weiteres Problem ist die Leitungsregelung der Mikrowelleneinstrahlung. Diese geschieht bei den haushaltsüblichen Geräten über das periodische Ein- und Ausschalten des Magnetrons. Bei eingeschaltetem Gerät wird immer die volle Strahlungsleistung von der Magnetronantenne erbracht. Eine zeitlich konstante Leistung kann also nur bei eingestellter maximaler Leistungsstufe erreicht werden. Die einstellbaren Leistungsstufen ergeben sich als zeitlich gemittelt.

Aufgrund der vorgegebenen Abmessung des Ofenraums ist die Möglichkeit der Maßstabsvergrößerung begrenzt. Die Unterbringung größerer Reaktionsgefäße oder solcher Reaktionsapparaturen mit Rückflusskühler oder ähnlichem gestaltet sich als schwierig, da der Ofen-Innenraum haushaltsüblicher Mikrowellenöfen verhältnismäßig klein und zudem abgeschlossen ist. Verschiedene Arbeitsgruppen beschreiben den Umbau von Haushalts-Mikrowellenöfen, um zum Beispiel Rückflussdestillationen durchzuführen. Dazu wird die Ofenwand mit einem Loch versehen, so dass ein Rückflusskühler oder eine Glasröhre eingebaut werden kann. Damit keine Leckstrahlung durch das Loch nach außen dringt, muss das Loch mit einem genau dimensionierten Metalltubus versehen werden. Nähere Angaben dazu siehe [51, S. 22].

Für Hochdruckreaktionen wurden spezielle dickwandige Teflonbehälter entwickelt. Teflon ist mikrowellentransparent und formstabil bis zu einer Temperatur von etwa 150 °C. Die Teflondruckbehälter sind für einen Innendruck von etwa 15 atm ausgelegt [51, S. 27].

In den letzten Jahren wurden verschiedene technologische Wege bei der Konstruktion von Labor-Mikrowellenöfen beschritten, jedoch bleibt die Feldhomogenität eines der Hauptprobleme. Labor-Mikrowellenöfen sind heute allgemein explosionsgeschützt und können technisch vielfältigen Synthesproblemen angepasst werden. Auch kann mit solchen Geräten eine variable Abstrahlungsleistung des Magnetrons eingestellt werden. Für sehr kleine Reaktionsansätze wurden Mikrowellengeräte konstruiert, die ein homogenes, aber räumlich eng begrenztes Mikrowellenfeld einstellbarer Intensität generieren können. Die Anschaffungskosten

für solche Geräte sind dabei jedoch entsprechend hoch und erlauben lediglich eine Anwendung für spezielle Synthesaufgaben.

### **3.3.2.5 Untersuchungen zur Mikrowellen-Suszeptibilität von Feststoffen und Flüssigkeiten**

Die Absorption von Mikrowellenstrahlung und Umwandlung in Wärme ist stoffspezifisch. Bestimmende Größen sind die spezifische Wärmekapazität des Stoffes, seine Dielektrizitätskonstante und dielektrische Verlustrate, so wie die spezifische Emissionsrate. Die Mikrowellen-Suszeptibilität ist für Feststoffe genauso wie für Flüssigkeiten somit eine kaum bestimmbare Größe, da sie von temperaturabhängigen Größen, insbesondere der Dielektrizitätskonstanten und des dielektrischen Verlustfaktors, bestimmt wird und selbst die Temperaturabhängigkeit dieser beiden Parameter wenig untersucht ist.

Die Suszeptibilität ist bei Feststoffen auch von der Morphologie abhängig. Der gleiche Stoff zeigt im Mikrowellenofen nicht selten in feinpulvriger Form keine oder kaum eine Erwärmung, während er grob gekörnt oder blättchenförmig vorliegend nach kurzer Zeit zu Glühen beginnt, was auf die Grenzflächenpolarisation zurückzuführen ist.

Zwar wurden in den letzten Jahren empirisch gefundene Daten zur Mikrowellenerwärmung für eine ganze Liste von Stoffen publiziert, jedoch sind diese auf Grund der eben dargestellten Komplexität der Parameter und der in Abschnitt 3.3.2.4 diskutierten gerätetechnisch bedingten Varianzen kaum reproduzierbar.

Auch die Temperaturmessung gestaltet sich schwierig. Flüssigkeitsthermometer und metallische Thermofühler sind im starken elektromagnetischen Feld des Mikrowellenofens nicht zu gebrauchen. Glasfaseroptische Temperaturmessung kann nur bis zu einer Temperatur von 450 °C angewendet werden. Relativ brauchbar erweist sich die Infrarotpyrometrie, bei der berührungslos die Wärmeabstrahlung eines Körpers gemessen wird. Allerdings kann hier nur die Oberflächentemperatur des Körpers erfasst werden. Oftmals besteht aber gerade bei hohen Temperaturen eine signifikante Differenz zwischen Oberflächen- und Innentemperatur. Außerdem ist eine aufwendige Eichung des Pyrometers vor jeder Messung notwendig, um vergleichbare Temperaturdaten verschiedener Stoffe zu erhalten.

Zur Übersicht sollen an dieser Stelle die von GEDYE, SMITH, WESTAWAY, MCGILL und WALKIEWICZ publizierten Daten zur Mikrowellenerwärmung verschiedener Feststoffe und Flüssigkeiten vorgestellt werden [51, S. 14]. Die gemessenen Daten sind jedoch stark zu kritisieren, da keine Angaben zur Morphologie oder Modifikation des jeweiligen Stoffes gemacht wurden. Insbesondere beim

Kohlenstoff sind diese jedoch sehr relevant – Graphit in Pulverform ist ein äußerst guter Suszeptor, Diamant ist mikrowellentransparent!

A			B		
Feststoff	T [°C]	t [min]	Feststoff	T [°C]	t [min]
Al	577	6	CaO	83	30
C	1283	1	CeO <sub>2</sub>	99	30
Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1290	3	CuO	701	0,5
CuCl	619	13	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	88	30
FeCl <sub>3</sub>	41	4	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	510	2
MnCl <sub>2</sub>	53	1,75	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	107	30
NaCl	83	7	MnO <sub>2</sub>	321	30
Ni	384	1	PbO <sub>2</sub>	182	7
NiO	1305	6,25	Pb <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	122	30
SbCl <sub>3</sub>	224	1,75	SnO	102	30
SnCl <sub>2</sub>	476	2	TiO <sub>2</sub>	122	30
SnCl <sub>4</sub>	49	8	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	701	9
ZnCl <sub>2</sub>	609	7	WO <sub>3</sub>	532	0,5

**Tabelle 4:** Effekt der Mikrowellenerwärmung bei Feststoffen (nach [51]). Alle Experimente beginnen bei Raumtemperatur.  
Reihe A: 25g Proben in einem 1.000 Watt Mikrowellenofen  
Reihe B: 5-6g Proben in einem 500 Watt Mikrowellenofen

Lösungsmittel	T [°C]	Sdt. [°C]	Lösungsmittel	T [°C]	Sdt. [°C]
Wasser	81	100	Essigsäure	110	119
Methanol	65	65	Ethylacetat	73	77
Ethanol	78	78	Chloroform	49	61
1-Propanol	97	97	Aceton	56	56
1-Butanol	109	117	DMF	131	153
1-Pentanol	106	137	Diethylether	32	35
1-Hexanol	92	158	Hexan	25	68
1-Chlorbutan	76	78	Heptan	26	98
1-Brombutan	95	101	Tetrachlorkohlenstoff	28	77

**Tabelle 5:** Temperatur verschiedener Lösungsmittel (jeweils 50ml) nach einer Minute Erwärmung in einem 560 Watt Mikrowellenofen (nach [51]). Alle Experimente beginnen bei Raumtemperatur.

### 3.4 Gefahrenaspekte beim Umgang mit Mikrowellenstrahlung und Ultraschall

Die Diskussion möglicher oder anzunehmender Gefahren für Mensch und Umwelt durch Mikrowellenstrahlung und Ultraschall geschieht hier weniger allgemein, als vielmehr bezogen auf den handelsüblichen Haushalts-Mikrowellenofen und das Ultraschall-Reinigungsbad, da ausschließlich mit diesen im Schulexperiment umgegangen werden soll (vgl. Kapitel 4).

Die unkontrollierte Erwärmung von Körpergeweben durch Mikrowellenstrahlung wird spätestens seit der “Handy-Revolution” erneut intensiv diskutiert. Gesundheitliche Gefahren, die von elektromagnetischer Strahlung dieses Frequenzbereichs direkt bzw. indirekt ausgehen könnten, werden befürchtet.

Zunächst ist die Intensität bzw. Strahlungsleistung das Kriterium für die Beurteilung gesundheitsgefährdender Wirkungen von Mikrowellen. Während in der therapeutischen Medizin Mikrowellen der Frequenz 2,45 GHz und einer Intensität von einigen 100 mW/cm<sup>2</sup> zur lokalen Wärmebehandlung von Körpergeweben eingesetzt werden, führt eine Ganzkörperbestrahlung bei dergleichen Intensität bereits nach wenigen Minuten zu einem stark erhöhten Infarkt- und Arteriosklerose-Risiko. Dieses entsteht durch übermäßige, direkte Erwärmung von tiefer gelegenen Geweben, die sich aufgrund ihres hohen Wassergehalts bei Mikrowellenbestrahlung schneller erhitzen als die relativ wasserarmen, oberen Gewebeschichten der Haut. Hier liegen jedoch die Thermorezeptoren, die für eine der Erwärmung adäquate Wärmeableitung ins Körperinnere sorgen. Sie erhalten keinen ausreichenden Temperaturreiz. Es kommt zu einer verzögerten und unzureichenden Temperaturregelung in den bestrahlten Körpergeweben [20]. In Deutschland gilt für die Allgemeinbevölkerung ein Richtwert für die Strahlenbelastung durch Mikrowellen von 0,2 mW/cm<sup>2</sup>. Diesen Wert überschreiten jedoch manche Mobiltelefongeräte mit Sendeleistungen um 4 Watt zum Teil erheblich, weshalb diese von einigen Wissenschaftlern und Fachleuten als gesundheitsgefährdend eingestuft werden [71].

Die handelsüblichen Haushalts-Mikrowellenöfen sind jedoch geschlossene Strahlungsquellen. Das Metallgehäuse mit dem durch Perforation teildurchsichtig gemachten Türblech schirmt die Umgebung von der Mikrowellenstrahlung soweit ab, dass die Abstrahlung bei neuen Geräten unter 5 mW/cm<sup>2</sup> in 5 cm Entfernung liegt [71]. Das Gehäuse des Mikrowellenofens darf nicht laienhaft verändert werden (z. B. Einbohren eines Lochs), da es sonst zum Austritt von Leckstrahlung kommen kann. Möchte man sich dennoch selbst von der Betriebssicherheit des verwendeten Mikrowellenofens überzeugen, lohnt sich die Anschaffung eines Mikrowellen-Leck-Testers, der preiswert in Elektronik-Fachgeschäften erhältlich ist.



Um eine zu hohe Strahlungsintensität und Schädigung der Magnetronantenne durch Reflexionsstrahlung zu vermeiden, soll sich bei Betrieb im Ofenraum ein strahlungsabsorbierender Körper befinden. Dies wird beim Erwärmen von Speisen und Getränken durch deren Wassergehalt gewährleistet. In dieser Arbeit werden jedoch fast ausnahmslos Versuche beschrieben, bei denen unter Ausschluss von Wasser graphitischer Kohlenstoff, bzw. Schmelzen angeregt und dadurch erhitzt werden. Eine Schädigung des Magnetrons, messbare Leckstrahlung oder eine übermäßige Erhitzung tritt bei diesen Versuchsdurchführungen nicht auf, obwohl im erhitzten Tiegel Temperaturen bis zu 1.400 °C erreicht werden.

In einigen Fällen kann es beim Bestrahlen von pulverisierten Reaktionsmischungen im Tiegel zum Aufstieg von Staub- oder Rauchfahnen bis hin zur Flammenbildung durch Gasionisation kommen. Die Mikrowelle ist in diesem Fall abzuschalten und der Tiegel zunächst vor der weiteren Mikrowellenerhitzung abzudecken. Entflammbare Substanzen und Lösungsmittel dürfen keinesfalls in offenen Gefäßen im Mikrowellenofen erhitzt werden, da entstehende Dämpfe durch die stromführenden Bauteile des Geräts zur Explosion gebracht werden können. Solche Stoffe dürfen nur in zugelassenen Spezialdruckbehältern aus Teflon mikrowellenerhitzt werden. Experimente mit solchen Teflongefäßen wurden zwar auch im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt, erwiesen sich jedoch als unsicher und nicht empfehlenswert. Zum einen kam es wiederholt zur thermischen Deformation der Behältnisse aufgrund von Überhitzung, zum anderen verblieb trotz vorschriftsmäßigem Gebrauch häufig ein Restdruck, der beim Öffnen des Teflongefäßes entwich und zum Teil den Chemikalieninhalt mitriss.

Das Gefährdungsrisiko von Personen beim Gebrauch von Haushalts-Mikrowellenöfen im Chemieunterricht zur Durchführung der in Kapitel 8 beschriebenen Versuche ist vertretbar, wenn die jeweilige Versuchsvorschrift eingehalten wird und folgende allgemeine Regeln beachtet werden:

- Dünnwandige, kantige oder spitze Metallteile dürfen nicht im Mikrowellenofen bestrahlt werden, da dies zu einem Funkenabriss und zu einer Feuergefährdung führen kann.
- Es dürfen niemals Reaktionen im Mikrowellenofen durchgeführt werden, bei denen entzündliche Gase oder Flüssigkeiten eingesetzt oder im Ofen-Innenraum freigesetzt werden.
- Abgeschlossene Reaktionsbehälter dürfen nicht im Mikrowellenofen erhitzt werden, wenn sie dafür nicht ausdrücklich zugelassen sind (Teflondruckbehälter).
- Beim Erhitzen nichtbrennbarer Flüssigkeiten im Mikrowellenofen müssen stets Maßnahmen gegen Siedeverzug (Siedesteine, Siedekapillaren) getroffen werden.
- Rauchbildung und Verstaubungen sind im Ofen-Innenraum zu vermeiden.

Prinzipiell ist das Aufstellen des Mikrowellenofens in einem Abzug empfehlenswert!

Das Arbeiten mit handelsüblichen Ultraschall-Reinigungsbädern ist generell ungefährlich. Der produzierte Ultraschall wird bei Luftübertragung sehr stark gedämpft und erreicht das Ohr mit äußerst geringer Intensität. Eine potentielle Gefährdung des menschlichen Organismus ist nur beim direkten Kontakt mit dem Wasser der Wannenföüllung während des Betriebs anzunehmen. Eine Schädigung von Gewebe oder eine Veränderung der Blut- oder Gewebsflüssigkeit wird jedoch als überaus gering und regenerierbar beurteilt.

## 4 Schulexperimentelle Entwicklungen zur thematischen Einführung nichtklassischer Energieeintragsformen im Chemieunterricht

Die Entwicklung von Schulexperimenten zur Darstellung der physikalischen und chemischen Wirkungen nichtklassischer Energieeintragsformen, die lebensweltbezogen sind, aber auch den zukünftigen Technologien Rechnung tragen, ist *ein* Schwerpunkt und Ziel der vorliegenden Arbeit. Die Notwendigkeit der Entwicklung solcher Schulexperimente wurde in Kapitel 2 begründet.

Die Experimente sollen also zunächst in möglichst engem Bezug zur Lebenswelt der Schüler stehen und zur Beantwortung der Fragen beitragen, die diese aus der Begegnung mit Ultraschall und Mikrowellenstrahlung formulieren. Die hier aufgeführten Experimente haben bei der inhaltlichen Beschäftigung mit dem Themenfeld *Ultraschall und Mikrowelle als nichtklassische Energieeintragsformen* eine auf dieses Themenfeld bezogene didaktische und methodische Funktion.

Gesondert zu diesen werden in Kapitel 5 Experimente beschrieben, die zwar inhaltlich primär in anderen Themenzusammenhängen stehen, bei denen jedoch die Experimentiertechnik der mikrowellenassistierten Hochtemperaturerzeugung benutzt wird. Diese innovative Experimentiertechnik wurde ebenfalls im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelt, um den spezifischen Anforderungen und Bedürfnissen des Experimentalunterrichts entgegen zu kommen und die Experimentiermöglichkeiten in der Schule zu erweitern.

### 4.1 Schulexperimente mit dem Ultraschall-Reinigungsbad

Das Ultraschall-Reinigungsbad ist das einfachste, preiswerteste und lebensweltbezogenste Gerät, um physikalische und chemische Wirkungen des Ultraschalls und die technische Bedeutung im Demonstrations- und Schülerversuch darzustellen. Der apparative Aufwand ist gering und der Aufbau auch von Schülern gut zu bewältigen. In vielen Schullaboren befinden sich bereits Ultraschallbäder zur Reinigung von Laborgegenständen, insbesondere von Pipetten, die zum Experimentieren geeignet sind. Aus diesen Gründen wird für alle entwickelten Schulexperimente ausschließlich das Ultraschall-Reinigungsbad verwendet.

Um die physikalischen Wirkungen des Ultraschalls im Ultraschallbad zu demonstrieren, erscheinen für Schulexperimente im normalen Unterrichtsgang einfache Handversuche besonders geeignet, da sie keine große Experimentier Erfahrung und Übung erfordern und so auch leicht von Schülern durchgeführt werden können. Wegen ihres Bezugs zur Lebenswelt und Technik bieten sich Experimente zu folgenden physikalischen Wirkungen des Ultraschalls an:

- Oberflächenreinigung
- Oberflächenerosion
- Homogenisation und Dispergierung
- Entgasung von Flüssigkeiten
- Thixotropie
- Diffusionsbeschleunigung

Für sonochemische Experimente sind Ultraschall-Reinigungsbäder leider nur sehr begrenzt geeignet (vgl. Abschnitt 3.3.1.3). Die Entwicklung von Schulexperimenten zur Demonstration der chemischen Wirkungen von Ultraschall gelang im Rahmen dieser Arbeit dennoch an einigen, wenn auch sensiblen Beispielen. Untersucht wurden experimentelle Möglichkeiten zur Darstellung folgender sonochemischer Prozesse:

- Reaktionsbeschleunigung
- Ultraschallinduzierte Oxidation
- Ultraschallinduzierte Reduktion
- Sonolumineszenz

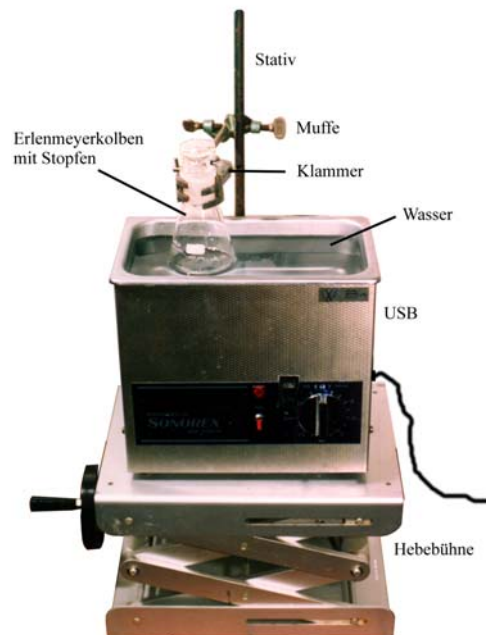
Die Durchführung der entwickelten sonochemischen Versuche mit dem Ultraschall-Reinigungsbad muss bei mangelnder Experimentiererfahrung einige Male wiederholt und variiert werden, um ein optimales Ergebnis zu erzielen. Diese Versuche eignen sich deshalb besser für Demonstrationsversuche, die von einem geübten Experimentator durchgeführt werden.

Für sonochemische Zwecke ungleich besser geeignete Geräte, die Ultraschall in einem Frequenzbereich von 100 kHz bis 1 GHz mit ausreichender Intensität erzeugen, verursachen hohe Anschaffungskosten und erfordern eine regelmäßige Wartung (vgl. Abschnitt 3.3.1.3). Solche Geräte erscheinen für den Gebrauch an Schulen nicht geeignet und wurden deshalb bei der Entwicklung von Schulexperimenten ausgeschlossen.

### 4.1.1 Allgemeiner Versuchsaufbau

Für die Durchführung der Experimente wurde ein Standardaufbau entwickelt, der eine bequeme Durchführung und eine gute Reproduzierbarkeit der Versuche gewährleistet:

Das Ultraschall-Reinigungsbad wird auf eine geeignete Laborhebebühne gestellt und die Wanne nach Betriebsanleitung mit destilliertem Wasser gefüllt. In das Wasser hängt man das jeweilige Materialstück oder Reaktionsgefäß und befestigt es mit Klammer und Muffe an einem Stativ. Als Reaktionsgefäße eignen sich Erlenmeyerkolben am besten, da die Schallübertragung durch den flachen Glasboden relativ gering behindert wird. Mit Hilfe der Hebebühne kann die Eintauchtiefe so geregelt werden, dass die Resonanz des Ultraschallfeldes im Reaktionsmedium optimal eingestellt werden kann (Abbildung 28). Es hat sich gezeigt, dass dies der Fall ist, wenn die Oberfläche der Flüssigkeit im Reaktionsgefäß knapp unterhalb der Wasseroberfläche der Wannenfällung liegt. Resonanz ist dann eingestellt, wenn ein summend-klirrendes Geräusch, welches durch Kavitation verursacht wird, zu hören ist und in der Flüssigkeit kleine Gasbläschen schweben. Resonanz führt auch zu stehenden Wellen, die an der Flüssigkeitsoberfläche zu beobachten sind. Während des Betriebes heizt sich das Wasser in der Wanne langsam auf. Dies wirkt sich jedoch effektiv ungünstig auf die Kavitationsbedingungen aus [vgl. Abschnitt 3.1.6]. Die besten Versuchsergebnisse erhält man deshalb, wenn man die Temperatur des Wassers im Ultraschallbad durch Zugabe von Eis niedrig hält.

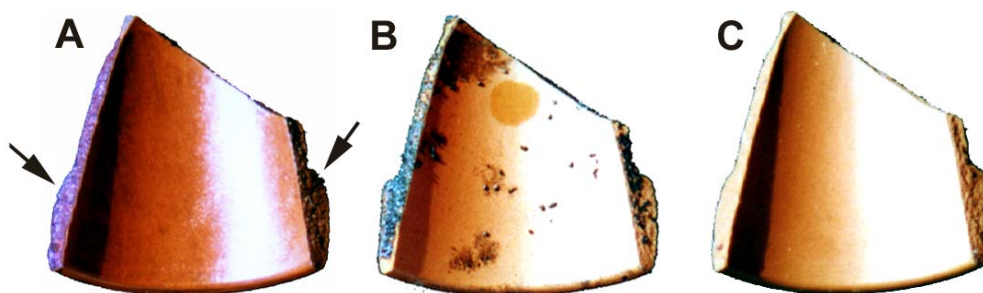


**Abbildung 28:** Ultraschallbad-Standardaufbau

### 4.1.2 Oberflächenreinigung

Aus ihrer Lebenswelt sind Schülern Technologien der Reinigung von Oberflächen durch Ultraschall oftmals bereits bekannt. Medizinisch wird Ultraschall zur Ablösung von Zahnstein angewendet, in einigen Gewerben und zunehmend auch in privaten Haushalten dient das Ultraschallbad zur Reinigung von feinmechanischen Gegenständen oder Schmuck. Wie die Oberflächenreinigung durch Ultraschall vonstatten geht, ist den Schülern jedoch weitgehend unklar. Meist besteht die Vorstellung, dass die Verschmutzung der Oberfläche durch das „Zittern“ des Wassers einfach von der Oberfläche des Reinigungsgegenstandes „abgeschüttelt“ wird.

Um die Reinigungswirkung des Ultraschalls zu demonstrieren und die Schülervorstellungen zu problematisieren, wurde ein Modellexperiment entwickelt, bei dem eine mit Fett und Kohlestaub verschmutzte Tonscherbe im Ultraschallbad behandelt wird (Abschnitt 8.3 Versuch 1). Dabei sollen die Schüler beobachten, dass die Verschmutzung der Tonoberfläche erst nach Zugabe eines Tensids vollständig durch Ultraschallbehandlung abgelöst werden kann. Die Diskussion der Beobachtungen führt zu der Erklärung, dass durch Ultraschall erzeugte Kavitationsprozesse die Schmutzpartikel von der Oberfläche der Tonscherbe zwar ablösen, durch Tensidzugabe nun jedoch dafür gesorgt werden muss, dass die hydrophoben Schmutzpartikel nicht sofort erneut an der Oberfläche adsorbieren, sondern im Wasser verteilt werden (Abbildung 29). Das Verfahren der Ultraschallreinigung wird insofern als vorteilhaft herausgestellt, als Materialoberflächen nicht durch mechanische Einwirkungen, wie zum Beispiel Abbürsten, zerkratzt werden und auch schwer zugängliche Stellen erreicht werden. Obwohl Ultraschall in flüssigen Medien Schmutzpartikel von Materialoberflächen vergleichsweise schonend entfernt, kann es zu kavitationsbedingten Schädigungen durch Erosion kommen (siehe Abschnitt 4.1.3).



**Abbildung 29:** Reinigung einer Tonscherbe im Ultraschallbad  
A: Tonscherbe vor der Reinigung im USB  
Die Bruchkanten sind deutlich mit „Kohlefett“ verunreinigt (Pfeile).  
B: Tonscherbe, welche ohne Spülmittelzusatz im USB behandelt wurde.  
C: Tonscherbe, welche mit Spülmittelzusatz im USB gereinigt wurde.

### 4.1.3 Oberflächenerosion

Die destruktive physikalische Wirkung des Ultraschalls auf Materialoberflächen wird von Schülern im Alltag kaum unmittelbar beobachtet, jedoch ist ihnen oftmals bekannt, dass sehr empfindliche Materialien, wie zum Beispiel vergütete Brillengläser nicht im Ultraschallbad gereinigt werden sollen.

Kavitationsbedingte Erosionserscheinungen an Materialoberflächen sind mit bloßem Auge oder mit der Lupe nicht erkennbar. An dünnen Metallfolien können diese jedoch sehr deutlich demonstriert werden, da es hier bereits nach kurzer Ultraschallbehandlung zu augenfälligem Lochfraß kommt (Abschnitt 8.3 Versuch 2). Aluminiumfolie, wie sie im Haushalt verwendet wird, ist für diese Demonstration sehr gut geeignet. Die bei der unsymmetrischen Dampfblasenkavitation an der Phasengrenze Metalloberfläche/Wasser auftretenden Microjets verursachen zum einen Schockwellen, welche die Oberfläche der Metallfolie erodieren, und zum anderen lokale Überhitzungszonen genau an der Phasengrenze, welche die dünne Folie aufzuschmelzen vermögen. So kommt es zunächst zu einem mikroskopischen Lochfraß, der im Verlaufe von Sekunden sichtbar wird (Abbildung 30).

Dieser Versuch wird auch zur Funktionsprüfung bei Ultraschallbädern durchgeführt [31].



**Abbildung 30:** Aluminiumfolie nach einer Minute Behandlung im Ultraschallbad.

#### 4.1.4 Emulgierung und Homogenisierung

Stoffmischung und Stofftrennung sind wichtige Inhalte im Lehrplan des Anfangsunterrichts Chemie. Emulsionen werden meist am Beispiel der Mayonnaise oder der Hautcreme eingeführt. In Versuchen sollen diese auch von den Schülern selbst hergestellt werden. Dabei werden Emulgatoren zugesetzt, um die Emulsion stabil zu halten.

Die Herstellung stabiler Emulsionen ohne Zusatz von Emulgatoren ist jedoch von genauso großer Bedeutung. Ein bedeutendes Beispiel ist die Homogenisation von Milch (z. B. Kuhmilch). Diese wird in den Epithelzellen der Milchdrüsen der Euter gebildet. Die Fettkügelchen in abgemolkener Kuhmilch haben einen Durchmesser  $\geq 1 \mu\text{m}$ . Damit kommt es beim Stehen der Milch langsam zur Phasentrennung („Aufrahmen“). Durch Homogenisation der frischen Milch lässt sich das Aufrahmen vermeiden, indem der Durchmesser der Fettkügelchen unter  $1 \mu\text{m}$  reduziert wird [64]. Einige lebensmitteltechnologische Verfahren bedienen sich dazu des Ultraschalls.

Die Milch als natürliche Fett-in-Wasser Emulsion wird im Unterricht meist angesprochen, die Herstellung einer „künstlichen Milch“ durch Schütteln oder schnelles Rühren eines Öl-in-Wasser-Gemischs ist jedoch im Schulversuch wenig erfolgreich, da es schnell wieder zu einer Phasentrennung kommt. Damit die Emulsion stabil bleibt, muss der Durchmesser der Fettkügelchen unter  $1 \mu\text{m}$  liegen, was durch einfaches Schütteln oder Rühren nicht merklich erreichbar ist.

Um eine stabile Öl-in-Wasser-Emulsion im Schulversuch darzustellen und dabei das Verfahren der Feinemulgation (Homogenisation) mit Hilfe von Ultraschall zu demonstrieren, wurde ein Modellexperiment entwickelt.

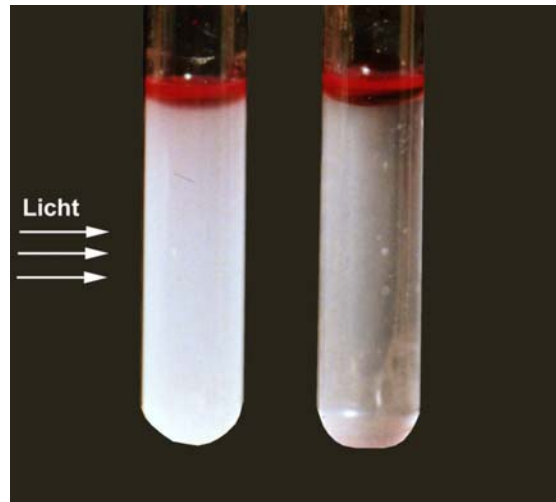
Zunächst wird Speiseöl mit Wasser durch kräftiges Schütteln gemischt, was jedoch lediglich zu einer grobdispersen Emulsion mit uneinheitlicher disperser Phase führt. Diese ist instabil und es kommt nach einigen Minuten wieder zur Phasentrennung. Nun wird diese polydisperse Emulsion weiter mit Ultraschall behandelt, wobei die grob dispergierten Öltröpfchen durch die Stoßwellen der Kavitation weiter in feinere Tröpfchen zerteilt werden. Dies führt zu einer fein- bis kolloid-dispersen, zeitlich sehr stabilen Emulsion (Abbildung 31) (Abschnitt 8.3 Versuch 3).

Alternativ zu diesem Modellexperiment wurde ein Versuch zur Dispergierung von Hexan in Wasser entwickelt (Abschnitt 8.3 Versuch 4). Wie im vorhergehenden Versuch geht es um die Herstellung einer stabilen Emulsion im Ultraschallbad. Hier wird als disperse Phase jedoch Hexan gewählt. Dies hat den Vorteil, dass die Phasentrennung nach dem Schütteln bzw. Rühren schneller einsetzt. Die unterschiedlichen Ergebnisse der Emulgation lassen sich also sehr viel schneller erkennen.





**Abbildung 31:** Ergebnis der Öl/Wasser-Emulgation nach sechs Monaten Standzeit nach Beschallung



**Abbildung 32:** Ergebnis der Hexan/Wasser-Emulgation. (Das Hexan wurde mit Sudan®-Rot gefärbt). Links: Nach Beschallung  
Rechts: Nach Schütteln

#### 4.1.5 Entgasung von Lösungen

In der Lebenswelt der Schüler spielt die Abgabe von in einer Flüssigkeit gelöstem Gas dann eine Rolle, wenn beispielsweise zu beobachten ist, wie Kohlenstoffdioxidbläschen aus Mineralwasser perlen oder wenn es darum geht, den Kohlenstoffdioxidgehalt eines stark kohlenensäurehaltigen Getränks nach Wunsch zu reduzieren. Natürlich ist auch schon beim einfachen Erhitzen von Leitungswasser die Abgabe von winzigen Gasbläschen zu beobachten, bevor das Wasser die Siedetemperatur erreicht hat. Im Anfangsunterricht Chemie wird dann zu klären sein, welche physikalischen Bedingungen die Löslichkeit eines Gases in einer Flüssigkeit beeinflussen und wie sich die Änderung der jeweiligen Bedingung auf das Löseverhalten des Gases auswirkt.

Soll dies in Experimenten nachvollzogen werden, wird es den Schülern zunächst plausibler erscheinen, sich darum zu bemühen ein Gas in einer Flüssigkeit bei unterschiedlichen Bedingungen zu lösen, da dies schwieriger erscheint, als umgekehrt eine gashaltige Lösung zu entgasen. Die Entgasung einer Lösung durch Ultraschall bietet aufgrund der beeindruckenden Beobachtungen jedoch als Einstiegs- oder Schlussexperiment eine gute Alternative der Problematisierung.

Es wurden hierfür Versuche entwickelt, welche die Entgasung von kohlenstoffhaltigen Getränken, wie zum Beispiel Mineralwasser, Limonade, Bier oder Sekt untersuchen. Das gelöste Kohlenstoffdioxid wird nach vorsichtigem Öffnen der Flasche bei Normaldruck relativ langsam abgegeben. Die Einwirkung von Ultraschall führt zu einer sehr stark erhöhten Gasbildung gegenüber der normal zu beobachtenden Freisetzung von Kohlenstoffdioxid. Unterbricht man die Energiezufuhr, geht die Gasentwicklung schnell zurück. Der Effekt kann durch wiederholtes Ein- und Ausschalten des Ultraschallbades sehr eindrucksvoll demonstriert werden (Abbildung 33) (Abschnitt 8.3 Versuch 5). In einem weiteren Versuch kann man frisches, kaltes Wasser aus einem Wasserhahn mit Perlsieb in die Wanne des Ultraschallbades füllen und dieses dann einschalten. Auch hier ist die Entgasung sehr gut zu beobachten.



Abbildung 33: Entgasung von Mineralwasser in einem Glaszylinder im USB

Ultraschall erzeugt in der Lösung ein hochfrequentes Wechseldruckfeld. In Expansionsphasen ist der Druck in der Lösung und damit die Löslichkeit des Gases stark herabgesetzt. Gasbläschen bilden sich und aggregieren zu größeren Blasen, welche die Flüssigkeit verlassen. Es kommt hierbei zu einer stürmischen Gasfreisetzung in der Flüssigkeit. Eine für den Anfangsunterricht angemessen didaktisch reduzierte Erklärung der Phänomene ist hierbei wichtig.

#### 4.1.6 Thixotropie

Im Alltag begegnet man dem Phänomen der Thixotropie zum Beispiel bei der Verwendung sogenannter fester Wandfarben. Diese liegen zunächst in pastöser Form vor. Beim Aufnehmen und Abrollen der Farbe wird diese jedoch kurzzeitig merklich flüssiger. Die spezielle Farbsuspension verflüssigt sich bei Einwirkung mechanischer Kräfte. Hört die mechanische Beanspruchung auf, so verfestigt sich die Farbsuspension wieder.

Im Ultraschallbad kann das thixotrope Verhalten am Beispiel von Gelatine-Gel sehr deutlich demonstriert werden (Abschnitt 8.3 Versuch 6). In diesem Zusammenhang lässt sich dann auch der sehr effektive Energieeintrag durch Ultraschall zeigen. Im Ultraschall werden aufgrund wirkender Schubkräfte und Scherspannungen die gelbildenden Molekülknäuel geordnet, was zu einer starken Abnahme der Viskosität des Gelatine Gels führt. Gelatine ist ein tierisches Polypeptid mit einer relativen Molmasse von ca. 15 000 – >250 000 g/mol. In Wasser quillt Gelatine zunächst stark auf und löst sich dann unter Bildung einer viskosen Lösung, die bei einer Gelatinekonzentration von mindestens ca. 1 Gew.-% unterhalb von ca. 35°C zu einem Gel erstarrt. Dieses Gel verhält sich bei Einwirkung von Ultraschall thixotrop [20].

#### 4.1.7 Diffusionsbeschleunigung

Diffusionsprozesse werden im Zusammenhang der Stoffmischung im Chemieunterricht und mehr noch im Biologieunterricht im Themenfeld *Cytologie* angesprochen.

Als Diffusion bezeichnet man die Durchmischung verschiedener miteinander in Kontakt stehenden Teilchen. Diese kommt durch die Relativbewegungen der Teilchen zustande und wird bei der gewöhnlichen Diffusion durch einen Konzentrationsgradienten im System angetrieben. Der Konzentrationsunterschied wird im Verlauf der Diffusion bis zu einem Gleichgewicht abgebaut. Der Konzentrationsausgleich erfolgt in flüssigen Systemen im allgemeinen recht schnell. Trennt man

in einem flüssigen System zwei Teilräume A und B durch eine Membran und fügt z.B. Teilraum B eine definierte Menge membranpermeabler Teilchen  $T$  zu, so erfolgt eine im Mittel gerichtete Diffusion dieser Teilchen in den Teilraum A durch die Membran hindurch, bis die Konzentration in A und B bezüglich der Teilchen  $T$  ausgeglichen ist. Die Membran verzögert dabei die Diffusion.

Um den Einfluss der Membranpermeabilität auf die Diffusionsgeschwindigkeit zu problematisieren, wurde ein Experiment entwickelt, das zu dieser Frage hinführt. Ultraschall beschleunigt die Relativbewegung von Teilchen, folglich deren Membrandurchtritt und damit auch die Diffusionsgeschwindigkeit. Dieser Effekt wird an der Diffusion einer Farbstofflösung durch eine Glasfritte demonstriert (Abschnitt 8.3 Versuch 7). Die Beobachtungen können als Problemgrund dienen, um die Diffusion an einer permeablen Membran zu untersuchen.

#### 4.1.8 Reaktionsbeschleunigung

Wie in Abschnitt 3.1.2 beschrieben, erfolgt der Energieeintrag für sonochemische Prozesse durch Kavitation im Ultraschallfeld. Durch Kavitation können chemische Prozesse ausgelöst, aber auch lediglich beschleunigt werden. Zur Beschleunigung chemischer Reaktionen sind zunächst ebenfalls die physikalischen Effekte der Oberflächenreinigung, Oberflächenerosion, Dispergierung und Entgasung interessant.

Die Reaktionsbeschleunigung durch Oberflächenreinigung, bzw. -erosion und Entgasung der Reaktionsflüssigkeit kann am Beispiel der Reaktion von Eisen mit Schwefelsäure und der Aufhebung der inhibitorischen Wirkung von Thiocyanat durch Ultraschall demonstriert werden (Abschnitt 8.3 Versuch 9).

Eisenwolle reagiert mit Schwefelsäure unter Wasserstoffentwicklung. In Anwesenheit von Thiocyanat-Ionen wird diese Reaktion verzögert. Thiocyanat-Ionen wirken als Inhibitor der Reaktion, indem sie an der Oberfläche der Eisenwolle adsorbiert werden und mit Eisen-Ionen eine Adsorptionsschicht bilden. Diese Komplexschicht baut sich nun im Vergleich nur langsam zu den Endprodukten ab und wird zum geschwindigkeitsbestimmenden Schritt [73]. Die Reaktion lässt sich beschleunigen, wenn man sie im Ultraschallbad durchführt.

Die Reaktionsmischung wird im Ultraschall kontinuierlich entgast. Dadurch wird das Reaktionsgleichgewicht ständig in Richtung der Produkte (d.h. Wasserstoffbildung) verschoben. Im besonderen kommt es während dieser Reaktion zur Bildung großer, im Geflecht der Eisenwolle eingeschlossener Wasserstoffblasen, die signifikante Anteile der Eisenoberfläche an der weiteren Reaktion mit der Schwefelsäure hindern. Im Ultraschallbad kommt dieses Phänomen nicht zustande und die Reaktion wird, im Gegensatz zur Reaktionsführung ohne Ultraschall, deutlich

beschleunigt. Die Eisenoberfläche wird zusätzlich von Oxidschichten und anderen Verunreinigungen befreit und dadurch aktiviert.

Die Reaktionsbeschleunigung wurde auch am Beispiel der katalytischen Zersetzung von Wasserstoffperoxid im Ultraschallbad untersucht. Wasserstoffperoxid neigt bei höheren Temperaturen und Anwesenheit von Schwermetallsalzen zum Zerfall. Dabei bilden sich Sauerstoff und Wasser. Ultraschall kann diesen katalytischen Zerfall auch bei niedrigen Temperaturen stark beschleunigen. Im Versuch wurde als Maß für den fortschreitenden Zerfall von  $\text{H}_2\text{O}_2$  die Zunahme des Gasvolumens über einer beschallten Reaktionslösung und einer unbeschallten Vergleichslösung gemessen (Abschnitt 8.3 Versuch 8). Ultraschall erhöht die Zerfallsrate des Wasserstoffperoxids in zweifacher Weise: Zum einen wird die Reaktionslösung kontinuierlich entgast, also eines der Produkte der Zerfallsreaktion ständig aus der Reaktionslösung entfernt. Nach dem Prinzip des kleinsten Zwanges wird deshalb der Zerfall von Wasserstoffperoxid weiter begünstigt. Zum anderen kommt es bei der Akustokavitation in Flüssigkeiten, so auch bei der Reaktionslösung zu mikroskopischen Überhitzungszonen (vgl. Abschnitt 3.1.4). Hier läuft die katalytische Zersetzung schneller ab und es kommt ebenfalls zu einer Erhöhung der Zerfallsgeschwindigkeit.

In der Fachliteratur findet man als Beispiel der Reaktionsbeschleunigung durch Entgasung im Ultraschall die Ethen-Synthese aus Formaldehyd und Diiodmethan beschrieben (siehe Abschnitt 3.3.1.2). Für das Schulexperiment erscheint dieses System jedoch nicht geeignet, da beide Ausgangsverbindungen aufgrund ihrer Toxizität nicht mehr verwendet werden sollen. Die Reaktion wurde deshalb auch nicht weiter untersucht.

Die Beschleunigung katalytischer Prozesse durch Oberflächenaktivierung im Ultraschall wurde am Beispiel der Fettsäurehydrierung am Nickel-Katalysator untersucht. Dazu wurde Nickelpulver in Speiseöl suspendiert und bei Normaldruck Wasserstoff durch die Suspension geleitet. Das Reaktionsgefäß wurde dabei dem Ultraschall ausgesetzt. Zum einen erwies sich bei diesen Versuchen der apparative Aufwand für den Schulversuch ungeeignet, zum anderen konnten keine befriedigenden Ergebnisse mit diesem Ansatz erzielt werden.

Zur Darstellung der Reaktionsbeschleunigung durch Dispergierung fester oder flüssiger Reaktionspartner im Schulversuch wurde die Herstellung von kolloidalem Kalium untersucht.

In der metallorganischen Synthese ist es häufig wünschenswert, die Reaktivität von Alkalimetallen im organischen Lösungsmittel zu erhöhen. Dies gelingt, indem man das betreffende Metall kolloidal in Lösung bringt. LUCHE, PETRIER und DUPUY beschreiben eine einfache Methode, Kalium kolloidal in Toluol vorzulegen. Dabei benutzen sie ein gewöhnliches Ultraschall-Reinigungsbad. Sie erhalten

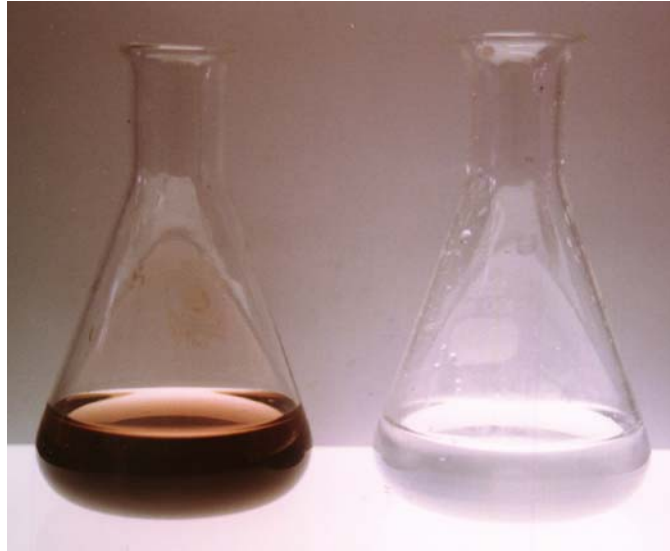
eine silbrig blaue Lösung ohne Reste von Kalium als Bodenkörper [56] (vgl. Abschnitt 3.3.1.2).

Mit dem zur Verfügung stehenden Ultraschallbad, beziehungsweise der beschriebenen Versuchsdurchführung gelang es nicht, das Kalium kolloidal in Lösung zu bringen. Während und nach der Beschallung konnte keine signifikante Änderung der Flüssigkeit beobachtet werden. Das metallische Kalium löste sich nicht auf. An der Oberfläche des Metalls bemerkte man lediglich eine geringfügige blaue Verfärbung.

Auch die ultraschallinduzierte Beschleunigung der CANNIZZARO-Reaktion, wie sie von FUENTES und SINISTERRA (vgl. Abschnitt 3.3.1.2) beschrieben wurde, konnte nicht mit dem für die Schule geeigneten Ultraschallbad nachvollzogen werden.

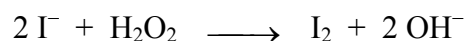
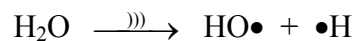
#### 4.1.9 Ultraschallinduzierte Oxidation

Besonders gut kann die sonochemische Wirkung des Ultraschalls in wässriger Lösung am Beispiel der **Oxidation von Iodid-Ionen zu Iod** gezeigt werden (Abbildung 34) (Abschnitt 8.3 Versuch 10).



**Abbildung 34:** Links: Rotbraune Färbung der beschallten Iodid-Lösung durch Iodstärke; Rechts: Unbeschallter Kontrollansatz

Die wesentlichen einleitenden Reaktionsschritte wurden bereits genannt (vgl. Abschnitt 3.3.1.2): Spaltung von Wassermolekülen in freie Hydroxyl- und Wasserstoff-Radikale, die u.a. zu Wasserstoffperoxid, Wasserstoff und Sauerstoff rekombinieren. Die Radikale, insbesondere aber das gebildete Wasserstoffperoxid, können nun mit den leicht oxidierbaren Iodid-Ionen reagieren. Vereinfachend wird bei der Auswertung des Experiments nur Wasserstoffperoxid als oxidierendes Agens berücksichtigt.



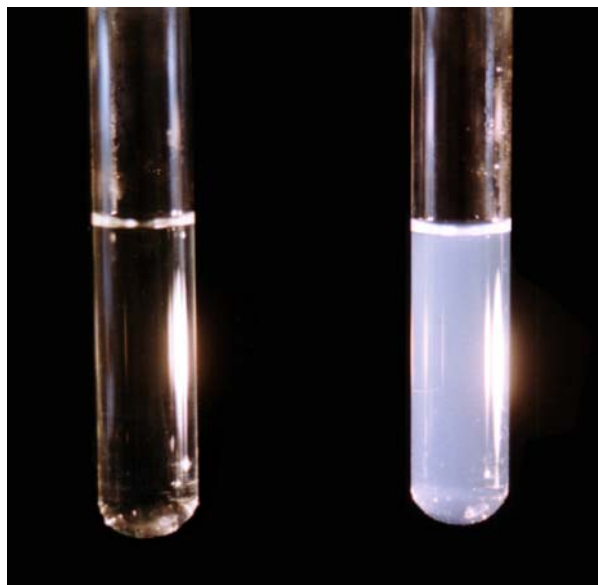
Das entstehende Iod wird mit Stärkelösung als Jodstärkekomplex nachgewiesen.

Die Annahme, dass es unter Ultraschalleinwirkung zu einer effektiven Oxidation der Iodid-Ionen durch ebenfalls in Lösung befindlichen Luftsauerstoff kommt, konnte in Experimenten mit entgasten Iodid-Lösungen unter Argonatmosphäre ausgeschlossen werden.

Die oxidative Wirkung des Ultraschalls und die Möglichkeit der schulexperimentellen Darstellung wurde ebenfalls erfolgreich am Beispiel der **Oxidation von Schwefelwasserstoff zu elementarem Schwefel** untersucht (Abschnitt 8.3 Versuch 12).

Sulfid-Ionen werden in schwach saurer Lösung durch starke Oxidationsmittel zu kolloidalem  $S_8$ -Schwefel oxidiert. Diese Oxidation gelingt in wässriger Lösung im Ultraschallbad auch ohne Zugabe eines Oxidationsmittels (vgl. Abschnitt 3.3.1.2).

Schwefelwasserstoffwasser wird im Ultraschallbad beschallt. Dieses weist nach kurzer Zeit eine sichtbare Trübung auf. Die Trübung zeigt sich noch deutlicher im Lichtkegel des Diaprojektors (Tyndall-Effekt) (Abbildung 35).

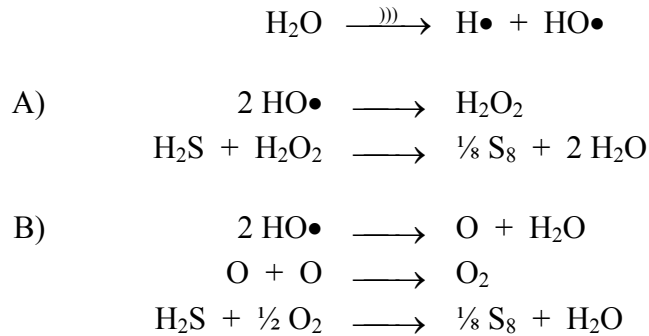


**Abbildung 35:** Rechts: Beschallter Ansatz Links: Kontrollansatz

Um die Trübung der Lösung zu erklären wird, wie bei der Oxidation der Iodid-Ionen, vereinfachend nur das sich beim Kavitationsprozess in der wässrigen Lösung in Spuren bildende Wasserstoffperoxid als oxidierendes Agens angenom-



men. Dieses oxidiert den undissoziierten Schwefelwasserstoffanteil zu elementarem kolloidalem Schwefel, welcher die Trübung verursacht:



In Abschnitt 3.3.1.2 wurde die **Oxidation von Eisen(II)-Ionen** in sauerstoffgesättigter, schwefelsaurer Lösung zur Bestimmung der effektiven Radikalbildungsinintensität bei der Sonolyse („FRICKE-Dosimeter“) beschrieben. Diese Reaktion erscheint auch für die Durchführung im Schulversuch geeignet (Abschnitt 8.3 Versuch 11). Es wurde eine reine Eisen(II)-Salzlösung im Ultraschallbad behandelt, dabei ließen sich bereits nach wenigen Minuten Eisen(III)-Ionen nachweisen, bei einer unbeschallten Blindprobe jedoch nicht.

Weiterhin wurde die **Dehydrierung von Hydrochinon** im Ultraschall untersucht. Im Ultraschallbad wurde Hydrochinon (1,4-Dihydroxibenzol) in ethanolischer Lösung in Chinone (überwiegend 1,4-Benzochinon) ohne Zugabe eines Oxidationsmittels überführt. 1,4-Benzochinon ist gegenüber dem farblosen Hydrochinon als eine gelb gefärbte Verbindung zu unterscheiden (Abschnitt 8.3 Versuch 13).

Durch die Einwirkung des Ultraschalls wird in der wässrigen Lösung durch Kavitation Wasserstoffperoxid gebildet, welches das leichtoxidierbare Hydrochinon überwiegend in gelbes 1,4-Benzochinon überführt. Chinone bilden mit konzentrierter Schwefelsäure intensiv gefärbte Oniumsalze.

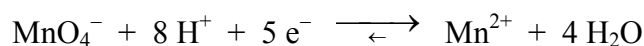
Die in Abschnitt 3.3.1.2 beschriebene Oxidation von **Anilin zu Anilinschwarz** oder die **Oxidationsversuche mit festem Kaliumpermanganat** in nicht-wässrigen Medien konnten in dem zur Verfügung stehenden Ultraschallbad nicht nachvollzogen werden.

#### 4.1.10 Ultraschallinduzierte Reduktionen

Um die Wirkung von Ultraschall in wässrigem Medium auf starke Oxidationsmittel zu beobachten, wurde eine schwefelsaure Permanganat-Lösung untersucht.

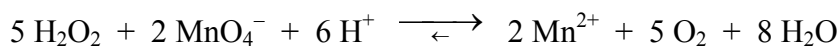
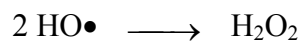
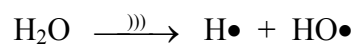
Verdünnte wässrige Permanganat-Lösung ließ sich unter Einwirkung von Ultraschall schnell entfärben. Eine unbeschallte Vergleichsprobe blieb im gleichen Zeitraum unverändert (Abschnitt 8.3 Versuch 14).

Permanganat-Lösungen sind äußerst wirksame Oxidationsmittel. In saurer Lösung wird das Permanganat zu Mangan(II) reduziert.



Die violette Färbung der Permanganat-Lösung nimmt bei der Reaktion ab. Die  $\text{Mn}^{2+}$ -Ionen verursachen lediglich eine schwache Färbung der Lösung [74].

Infolge der Kavitation wird in der beschallten wässrigen Lösung etwas Wasserstoffperoxid gebildet. Dieses zerfällt in Sauerstoff und Protonen unter Elektronenabgabe, wobei Permanganat zu  $\text{Mn}^{2+}$  reduziert wird.



#### 4.1.11 Sonolumineszenz

Versuche zur Sonolumineszenz von Flüssigkeiten faszinieren zunächst aufgrund der beobachtbaren Leuchtphänomene und wecken schon dadurch Interesse bei Schülern. Darüber hinaus begegnet man dem Begriff der Sonolumineszenz in den letzten Jahren zunehmend bei der Lektüre populärwissenschaftlicher Berichte und Beiträge in Zusammenhang mit der Kernfusion [z. B. 75].

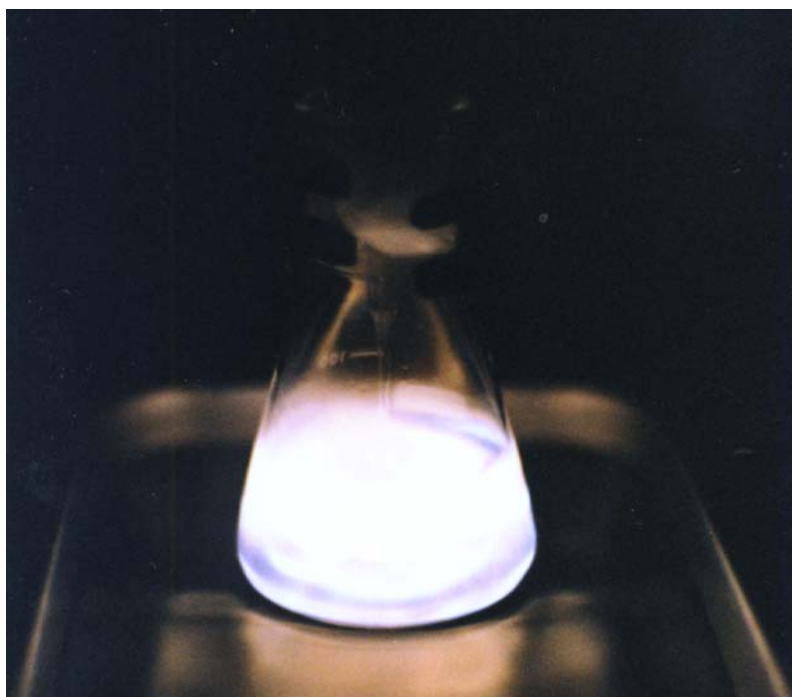
Die einfachste Möglichkeit, Sonolumineszenz zu beobachten, ist die direkte Einleitung eines kräftigen Luft- oder Argonstroms in das Wasser des eingeschalteten Ultraschallbades (Abschnitt 8.3 Versuch 15). Wasser gehört zu einer Reihe Flüssigkeiten, die bei Beschallung mit Ultraschall Licht im visuellen Lichtspektrum emittieren. Die Kavitation wird in der sauberen Flüssigkeit durch gelöstes Argon und kleinste Gasbläschen, welche als Keime der Nukleation fungieren [vgl. Ab-

schnitt 3.1.8], eingeleitet. Die Lumineszenzerscheinung ist aber gering, und nur im abgedunkelten Raum nach Adaptation des Auges schwach erkennbar.

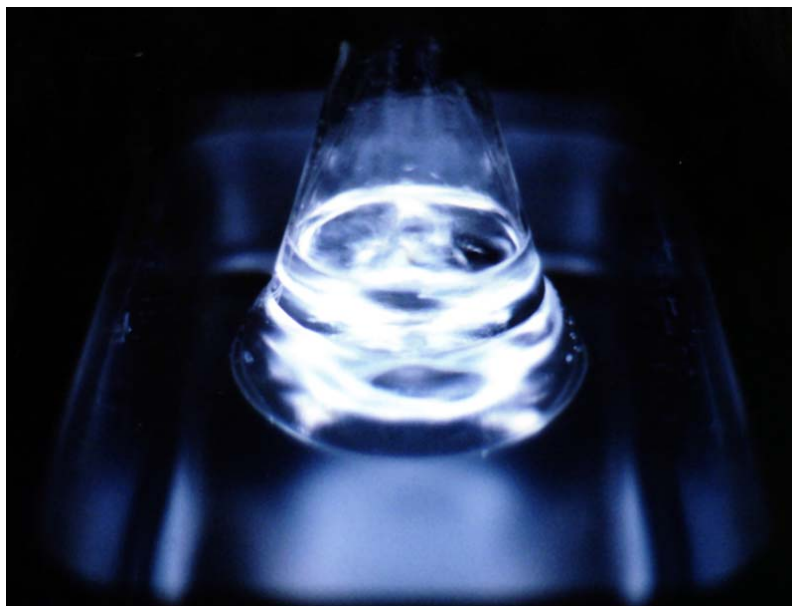
Bei der Untersuchung einer ganzen Zahl gängiger Laborchemikalien fällt auf, dass insbesondere einige konzentrierte wässrige Lösungen von Säuren und Laugen im Argonstrom verhältnismäßig starke Sonolumineszenz zeigen. Der Versuchsraum muss zwar immer noch abgedunkelt sein, aber das Leuchten der Flüssigkeit ist bereits nach kurzer Zeit ohne längere Dunkeladaptation des Auges zu sehen. Untersucht wurde die Sonolumineszenz von Natronwasserglas, der konzentrierten Natronlauge (Abbildung 36), Perchlorsäure und Schwefelsäure (Abbildungen 37 und 38). Besonders die konzentrierte Natronlauge und Schwefelsäure erscheinen für den Schulversuch geeignet, wobei Versuchsvarianten entwickelt wurden, um genügend Sicherheit beim Umgang mit diesen Chemikalien zu gewährleisten (Abschnitt 8.3 Versuche 16-19).



**Abbildung 36:** Sonolumineszenz von konzentrierter Natronlauge im Argonstrom



**Abbildung 37:** Sonolumineszenz von konzentrierter Schwefelsäure im Argonstrom



**Abbildung 38:** Sonolumineszenz von konzentrierter Schwefelsäure ohne Argonstrom

## 4.2 Schulexperimente mit dem Haushalts-Mikrowellenofen

Fast jeder Schüler kennt den Haushalts-Mikrowellenofen zum Erwärmen von Speisen und Getränken aus der eigenen Lebenswelt oder benutzt diesen sogar selbst in der Küche. Fragen, die im Chemieunterricht zum Energieeintrag durch Mikrowellenstrahlung entwickelt werden, sind deshalb zunächst auf dieses Gerät bezogen.

Als Strahlungsquelle und Versuchsapparatur im chemischen Forschungslaboratorium wird der Haushalts-Mikrowellenofen heute zwar kaum noch verwendet - die mangelhafte Feldhomogenität der Strahlung im Ofen-Innenraum, die schlechte bauliche Eignung zur Bestrahlung von Reaktionsgefäßen und vor allem die unzureichende Betriebssicherheit im Rahmen der Anforderungen im chemischen Forschungslabor machen aufwendige und teure Forschungsgeräte notwendig. Im Rahmen des chemischen Experimentierens im Schullabor ist der einfache Haushalts-Mikrowellenofen jedoch für eine große Anzahl von Versuchen vollkommen ausreichend.

### 4.2.1 Allgemeine Schulversuche zur Stofferwärmung im Haushalts-Mikrowellenofen

Einfache, doch zum Teil sehr spektakulären Experimente wurden für den Haushalts-Mikrowellenofen entwickelt, um die Eigenschaften und Besonderheiten des im Applikatorraum erzeugten Mikrowellenfeldes zu demonstrieren. An dieser Stelle sollen im Unterricht auch die Vor- und Nachteile der Mikrowellenerwärmung von Speisen und Getränken und der sichere Umgang mit Mikrowellengeräten im Haushalt diskutiert werden. Allgemein demonstrieren diese Versuche Anregungsphänomene der Mikrowellenstrahlung, die im Grundlagenteil angesprochen wurden.

Zunächst soll in einfacher Weise das Erwärmungsverhalten verschiedener Stoffe und Körper im Applikatorraum des Mikrowellenofens untersucht und verglichen werden.

Der Zusammenhang zwischen Erwärmung und Dipoleigenschaft eines Stoffs kann gut an unterschiedlichen Flüssigkeiten untersucht werden. Im hierzu entwickelten Schulexperiment werden als Testflüssigkeiten kleine Mengen Wasser, Ethanol, Speiseöl und Petroleumbenzin im Mikrowellenofen erwärmt (Abschnitt 8.3 Versuch 20). Wasser und Ethanol werden dabei in sehr kurzer Zeit bis zum Sieden erhitzt. Speiseöl wird dagegen im gleichen Zeitraum gering, Petroleumbenzin kaum messbar erwärmt. Im Unterricht können nun die Molekülstrukturen und

Dipoleigenschaften erarbeitet und damit Struktur-Eigenschafts-Beziehungen erkannt werden, die das Erwärmungsverhalten der Flüssigkeiten erklärt.

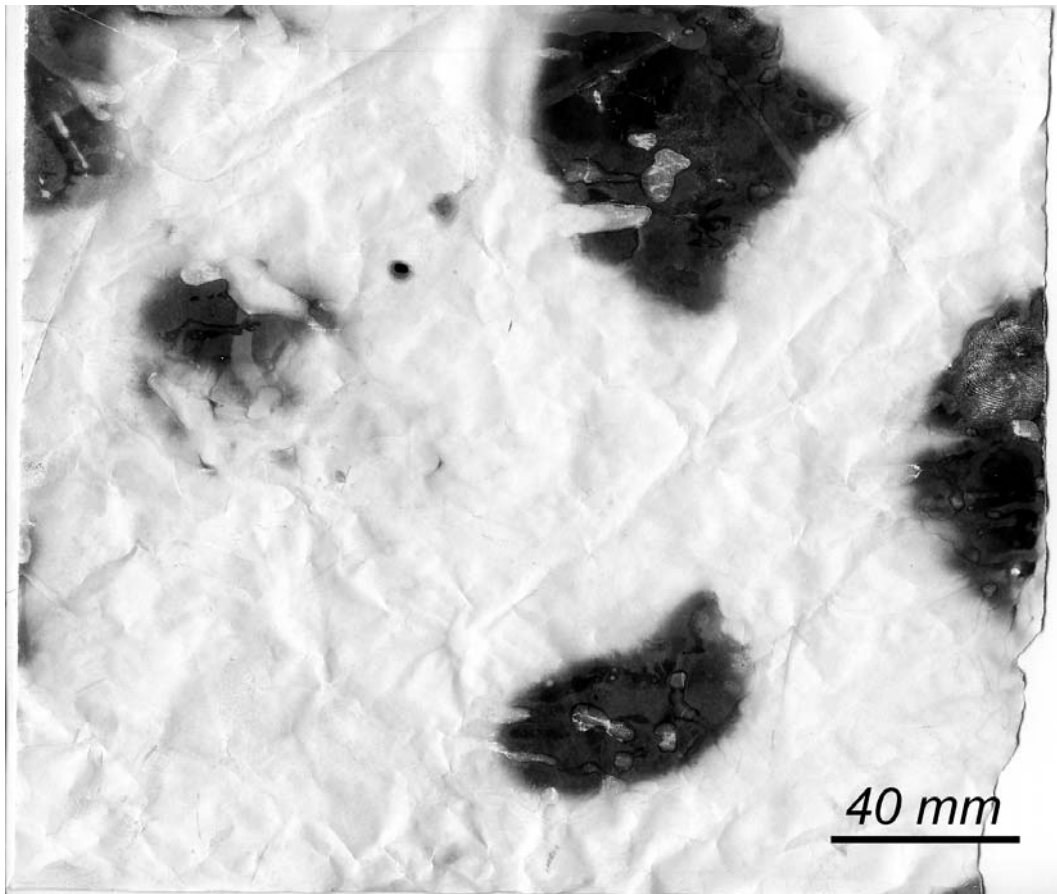
Die effektive Mikrowellenerwärmung der meisten Lebensmittel wird durch deren Wassergehalt bestimmt. Der Einfluss des Wassergehalts auf die Erwärmungsgeschwindigkeit im Mikrowellenofen kann gut am Schmelzverhalten verschiedener Fettprodukte, von Halbfett-Butter bis zum wasserfreien Frittierfett, gemessen und verglichen werden (Abschnitt 8.3 Versuch 21). Die gering polaren Fettmoleküle werden durch Mikrowellenstrahlung nur wenig angeregt. Die Erwärmung beruht also wesentlich auf dem Wassergehalt der Fettprodukte. Je höher der Wasseranteil, desto schneller erwärmt sich die Probe.

Um das unterschiedliche Konvektionsverhalten einer Flüssigkeit beim Erwärmen im Mikrowellenfeld im Vergleich zum Erwärmen auf der Heizplatte zu demonstrieren, wurde eine mit Wasser überschichtete gesättigte Kupfersulfatlösung untersucht (Abschnitt 8.3 Versuch 22). Das Zweiphasensystem wurde einmal auf der Heizplatte und einmal im Mikrowellenofen erhitzt. Auf der Heizplatte lassen sich kurz vor Beginn des Siedens aus der tiefblauen Unterphase aufsteigende Konzentrationsschlieren aufgrund von Wärmekonvektion beobachten. Die Phasentrennung bleibt dennoch bis zum Beginn des Siedens weitgehend stabil. Dann kommt es jedoch schnell zur Durchmischung durch aufsteigende Gasblasen. Im Unterschied dazu bleibt im mikrowellenerhitzten System die Phasentrennung auch nach Siedebeginn noch einige Zeit erhalten. Es ist nur das Aufsteigen von wenigen Gasblasen zu beobachten. Der Inhalt des Becherglases siedet nach kürzerer Zeit und im Vergleich ruhiger, was auf eine gleichmäßigere Erwärmung des Flüssigkeitsvolumens schließen lässt.

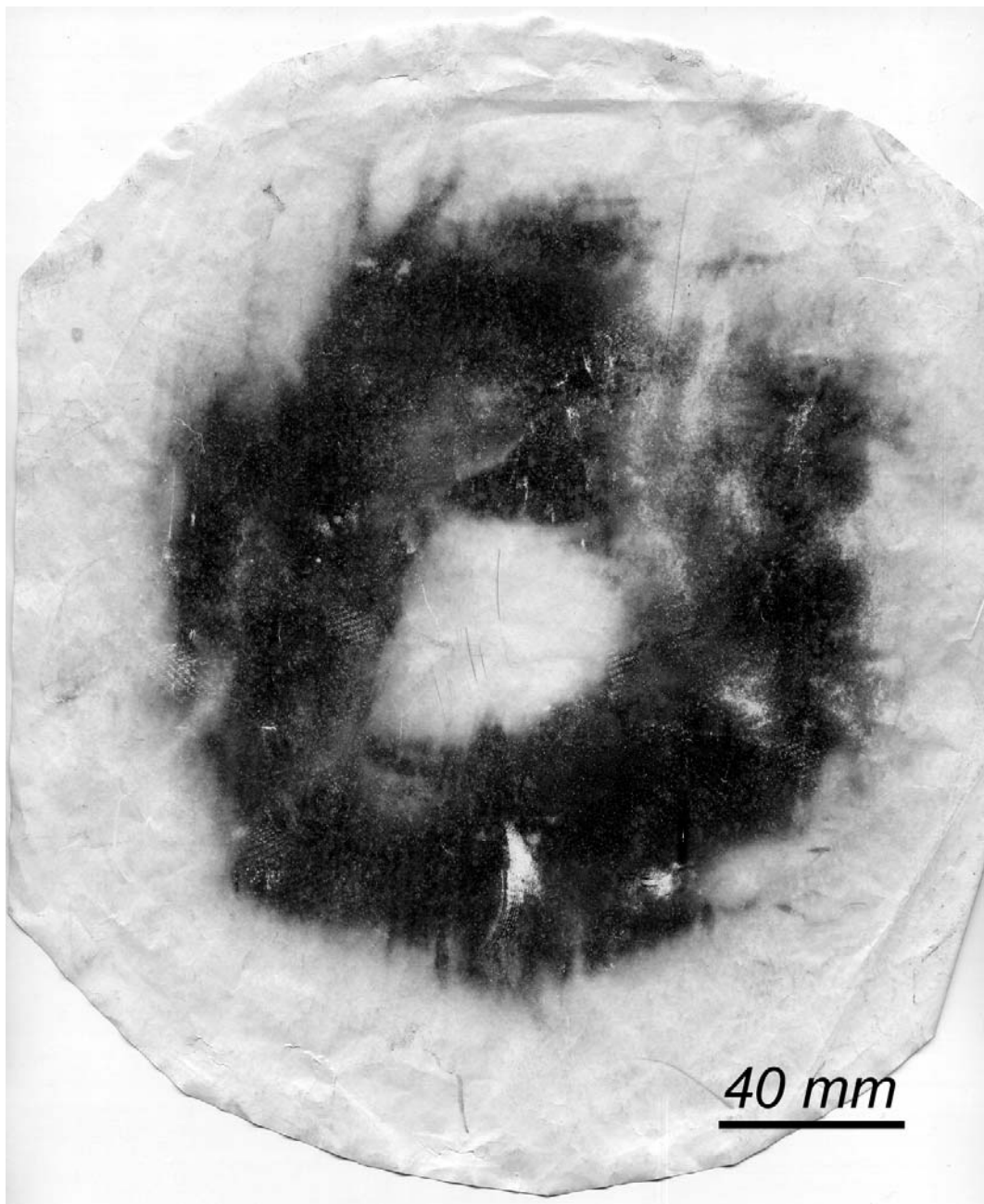
Im Zusammenhang mit der Erwärmungshomogenität wurde ein Schulversuch zum Nachweis der Feldinhomogenität im Applikatorraum des Haushalts-Mikrowellenofens entwickelt, der zugleich auch die Funktion des Drehtellers demonstriert.

Ein gleichmäßiges Erwärmen im Mikrowellenofen hängt zum einen von der Polarität und Struktur des Kochguts, zum anderen von der Geometrie und Homogenität des Mikrowellenfelds ab. Im Ofenraum kommt es jedoch durch Reflexion der Mikrowellen an den Innenwänden zu Interferenzen, was zu einem inhomogenen elektromagnetischen Feld führt (siehe Abschnitt 3.3.2.4). Dieses Problem wird technisch z. B. durch Einbau eines Glasdrehtellers partiell gelöst. Das zu erhitzende Gut wird auf diese Weise homogener erhitzt, da es durch die hot-spots bewegt wird.

Das inhomogene Strahlungsfeld wird sehr einfach mit Hilfe eines angefeuchteten Thermo-Faxpapiers abgebildet (Abschnitt 8.3 Versuch 23). Dieses wird im ersten Versuchsteil in den Mikrowellenofen ohne Glasdrehsteller gelegt und bestrahlt, im zweiten Versuchsteil auf den Glasdrehsteller gelegt und wiederum bestrahlt. Im ersten Versuchsteil ergibt sich ein für das benutzte Mikrowellengerät charakteristisches, reproduzierbares Muster von punkt- und bandförmigen Schwärzungsgebieten (Abbildung 39). Im zweiten Versuch erkennt man deutlich eine breitflächige, ringförmige Schwärzung des Faxpapiers um die Drehachse des Glastellers (Abbildung 40). In den *hot spot* - Zonen des inhomogenen Mikrowellenfelds erhitzt sich das feuchte Thermofaxpapier sehr viel schneller. Der heiße Wasserdampf verursacht die Schwärzung des Thermo-Faxpapiers.



**Abbildung 39:** Bestrahtetes Thermo-Faxpapier ohne Drehteller



**Abbildung 40:** Bestrahltes Thermo-Faxpapier mit Drehteller



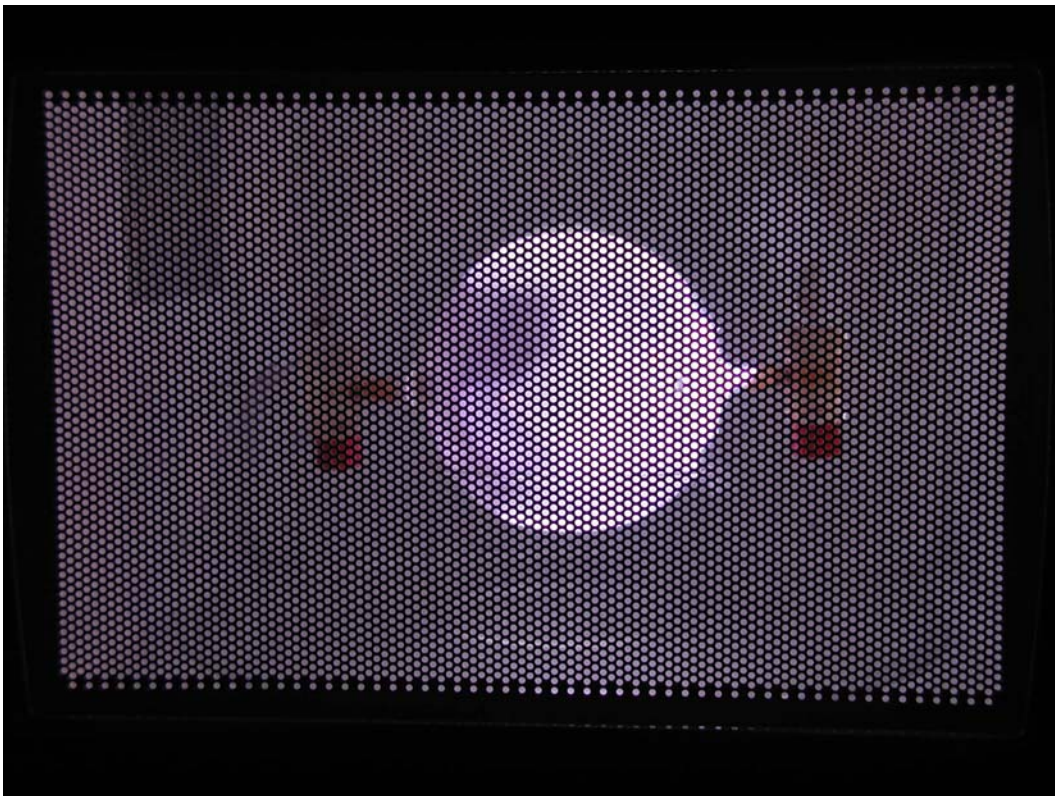
Gefahrlos und dennoch sehr eindrucksvoll kann die Elektronenanregung und die dadurch verursachte Funkenentladung an der dünnen Metallbeschichtung einer CD (*Compact Disc*) demonstriert werden (Abschnitt 8.3 Versuch 24). Die dünne Aluminiumbedampfung zwischen Trägerscheibe und Lackschicht der CD wird im Mikrowellenfeld elektronisch so stark angeregt, dass sie schließlich verglüht (Abbildung 41).



**Abbildung 41:** CD-ROM nach Bestrahlung im Mikrowellenofen

Untersucht wurde auch das Verhalten von Aluminiumfolie und aluminiumbeschichteten Verpackungsmaterialien im Mikrowellenofen. Während Aluminiumfolie kaum zum Funkenabriss neigt, geraten aluminiumbeschichtete Getränkekartons schnell in Brand. Den Schülerinnen und Schülern kann mit diesen Versuchen gezeigt werden, unter welchen Bedingungen eine Brandgefahr entsteht, wenn metallische Gegenstände in den Mikrowellenofen gestellt werden.

Beim Funkenabriss an dünnen Leiterflächen kommt es auch zur Ionisation von Gasmolekülen der umgebenden Luft. Diese Gasionisation ist als „Plasmaflamme“ zu beobachten. In diesem Zusammenhang bietet sich ein einfaches Experiment an, bei dem ein Schwefel- beziehungsweise ein Iodplasma in einer Glaskugel im Mikrowellenofen erzeugt wird. Eine geringe Menge Schwefel beziehungsweise Iod wird in einer teilevakuierten Glaskugel im Mikrowellenofen bestrahlt (Abschnitt 8.3 Versuch 25). Im Ergebnis erhält man so eine elektrodenlose Plasmaentladungslampe (Abbildung 42).



**Abbildung 42:** Lichtemission bei Bestrahlung von Iodgas im Mikrowellenofen

Nicht nur für Schüler ist dieses Experiment zunächst einfach faszinierend, da ein intensiv leuchtendes Gas zu beobachten ist. Die Funktion dieses Versuchs beschränkt sich jedoch nicht auf die eines Schau- oder Wunderversuchs, da in absehbarer Zukunft elektrodenlose Plasmaentladungslampen in der allgemeinen Lebenswelt als Leuchtmittel Anwendungen finden werden (siehe Abschnitt 3.2.5).

Um die Grenzflächenpolarisation elektrischer Leiter im Mikrowellenfeld zu demonstrieren, werden zwei angespitzte Graphitstäbe gegeneinander gelegt, so dass sich die Spitzen fast berühren. Bei eingeschalteter Mikrowelle kommt es zu Ausbildung eines Lichtbogens von Spitze zu Spitze.

Diese Erscheinung kann auch dafür genutzt werden, um an Materialoberflächen durch den Lichtbogen sehr lokal hohe Temperaturen zu erreichen, um beispielsweise ein Loch in das Material zu schmelzen oder einen Schweißpunkt zu erzeugen. Auch hier tritt eine „Plasmaflamme“ aufgrund der Gasionisation auf.

#### **4.2.2 Schulversuche zur organischen Stoffsynthese im Haushalts-Mikrowellenofen**

Die Durchführung organischer Stoffsynthesen im Mikrowellenofen ist im Schulversuch kaum möglich, da bei den meisten Reaktionssystemen, die in der Literatur beschrieben werden, leichtentzündliche Stoffe eingesetzt oder im Verlauf der Reaktion freigesetzt werden. Diese dürfen nicht in den Applikatorraum des Mikrowellenofens gelangen, weshalb für die meisten Versuche die Verwendung eines Teflon-Druckbehälters vorgeschrieben wird.

Die Verwendung von Teflon-Druckgefäßen wurde geprüft. Solche Gefäße bergen jedoch schlecht abschätzbare Unfallrisiken, da sie während und selbst einige Zeit nach dem Erhitzen im Mikrowellenofen unter hohem Druck stehen. Häufig kam es trotz vorschriftsmäßigem Gebrauch beim Öffnen des Gefäßes zu einer unkontrollierten Freisetzung von Flüssigkeit und Lösungsmitteldampf durch einen verbliebenen Restdruck im Teflon-Druckgefäß. Außerdem kam es schon im Verlauf der ersten Versuchsdurchführungen zu einer Deformation des Teflon-Druckgefäßes aufgrund der thermischen Belastung. Nicht zuletzt lassen die relativ hohen Anschaffungskosten solche Druckgefäße für schulexperimentelle Zwecke als ungeeignet erscheinen. Untersucht wurden im Rahmen dieser Arbeit die säurekatalysierte Veresterung von Benzoesäure mit Methanol und die Etherspaltung von Naphthylmethylether. Zum einen kam es hierbei zu den bereits beschriebenen Problemen mit dem Teflon-Druckgefäß, zum anderen konnte keine Reaktionsbeschleunigung, wie in der Literatur beschrieben, festgestellt werden.

Die Erwärmung kleiner Reaktionsansätze bei Normaldruck in einem offenen Reaktionssystem, ohne Freisetzung von gas- oder dampfförmigen Stoffen in den Applikatorraum, konnte durch den Einsatz eines mit Teflonschlauch ausgerüsteten Mikrowellenofens realisiert werden (siehe Abschnitt 5.3). Nachteilig ist bei diesem Aufbau, dass bei Reaktionsansätzen, die ein Lösungsmittel benötigen, dieses meist zu stark abdampft und dem Reaktionsansatz verloren geht. Außerdem kann

es auf Grund des geringen Schlauchquerschnitts zu einem Druckaufbau im Reaktionsgefäß bis hin zur Explosion kommen.

Die Ausstattung des Haushalts-Mikrowellenofens mit einem Rückflusskühler wurde nicht in Betracht gezogen, da sie einen Umbau erforderlich macht, der nur von Fachpersonen durchgeführt werden darf.

Für die Entwicklung von Schulversuchen im Bereich der mikrowellenassistierten organischen Stoffsynthese wurden besonders Reaktionssysteme beachtet, die keine leicht entzündlichen Gase oder Dämpfe freisetzen und deshalb in offenen Reaktionsgefäßen im Mikrowellenofen erwärmt werden können. Verschiedene Autoren schlagen hierzu mikrowellenassistierte organische Synthesen an Festphasen vor, wodurch auf Lösungsmittel verzichtet werden kann. Beispielsweise beschreiben BOGDAL, PIELICHOWSKI und JASKOT die Williamson'sche Ethersynthese, wobei Alkohol und Halogenalkan von Kaliumcarbonat aufgenommen werden. Die Reaktionsmischung wird nun im offenen Gefäß im Mikrowellenofen erhitzt. Die Gefahr, dass der Alkohol aus dieser Mischung verdampft, ist jedoch nach eigenen Angaben der Autoren hoch [76].

Die Ethersynthese an fester Phase konnte den Angaben der Literatur folgend nicht nachvollzogen werden. Auch bei Verwendung einer geschlossenen Apparatur mit Schlauchableitung und Kühlfalle konnte keine Etherbildung festgestellt werden.

Die lösungsmittelfreie Festphasensynthese stellte sich bei den Untersuchungen allgemein als nicht geeignet für die Verwendung im Chemieunterricht heraus, da die Reaktionsprodukte in jedem Fall zeitaufwendig von der Festphase wieder abgetrennt und aufgearbeitet werden müssen. Es ist anzunehmen, dass die mikrowellenassistierte Methode der Festphasensynthese den Syntheseablauf aus Schülersicht zu stark kompliziert.

Grundsätzlich stellte sich somit der Haushalts-Mikrowellenofen bei den Untersuchungen zur mikrowellenassistierten organischen Stoffsynthese als ungeeignetes Experimentiergerät heraus, da mit diesem kein kontrollierter Energieeintrag in das Reaktionssystem möglich ist.

Die Untersuchungen zur mikrowellenassistierten organischen Stoffsynthese führten zur Entwicklung von lediglich zwei schulgeeigneten Versuchen:

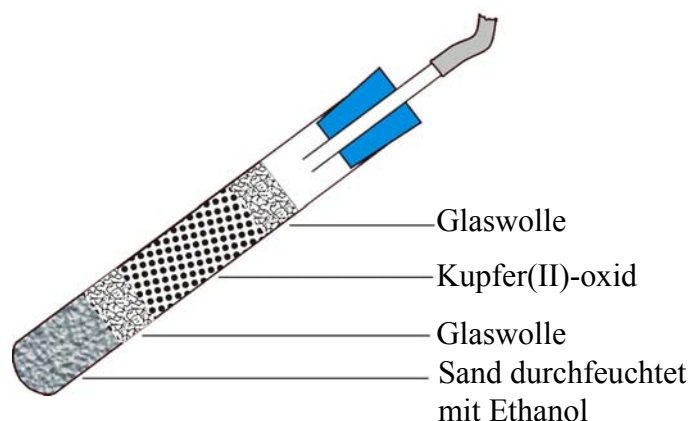
Die Darstellung von Ethanal gelingt vorteilhaft im Mikrowellenofen durch Oxidation von Ethanol mit Kupfer(II)-oxid (Abschnitt 8.3 Versuch 26). Die Synthese von Phthalocyanin gelingt mikrowellenassistiert mit klarerem Unterschied zwischen Edukten und Produkt (Abschnitt 8.3 Versuch 27).

Im Schulexperiment wird schwarzes Kupferoxid häufig als Oxidationsmittel in der Organik verwendet. Zum Beispiel dient es zur **Oxidation von Ethanol zu Ethanal**. In den klassischen Versuchsbeschreibungen zur Ethanol-Oxidation wird das Kupfer(II)-oxid in einer Quarzglasröhre mit einem Gasbrenner zum Glühen



erhitzt, bevor dann langsam Ethanoldampf durch die Quarzglasröhre über das Kupfer(II)-oxid geleitet wird. Problematisch ist bei dieser Durchführung, das Kupfer(II)-oxid ausreichend zum Glühen zu bringen und während des Überleitens des Ethanoldampfs am Glühen zu halten. Da dies nur unbefriedigend gelingt, ist die Ausbeute an Ethanal meist sehr gering.

Schwarzes Kupferoxid ist ein guter Mikrowellensuzzeptor und kann im Mikrowellenofen bereits nach wenigen Sekunden gleichmäßig zum Glühen gebracht werden. Mit einem einfachen Versuchsaufbau (siehe Abbildung 43) gelingt es, die Oxidation von Ethanol mit Kupfer(II)-oxid mit guter Ausbeute an Ethanal in dem mit Teflonschlauch ausgerüsteten Haushalts-Mikrowellenofen durchzuführen. Die Stoffänderungen sind bei dieser Versuchsdurchführung sehr gut zu beobachten. Das schwarze Kupferoxid wird fast vollständig zu elementarem Kupfer reduziert. Als Oxidationsprodukt entweicht dem Teflonschlauch außerhalb des Mikrowellenofens ein süßlich riechendes, leicht kondensierbares Gas, das mit Schiff's Reagenz als Aldehyd identifizierbar ist.



**Abbildung 43:** Versuchsaufbau zur Ethanal-Synthese im Mikrowellenofen

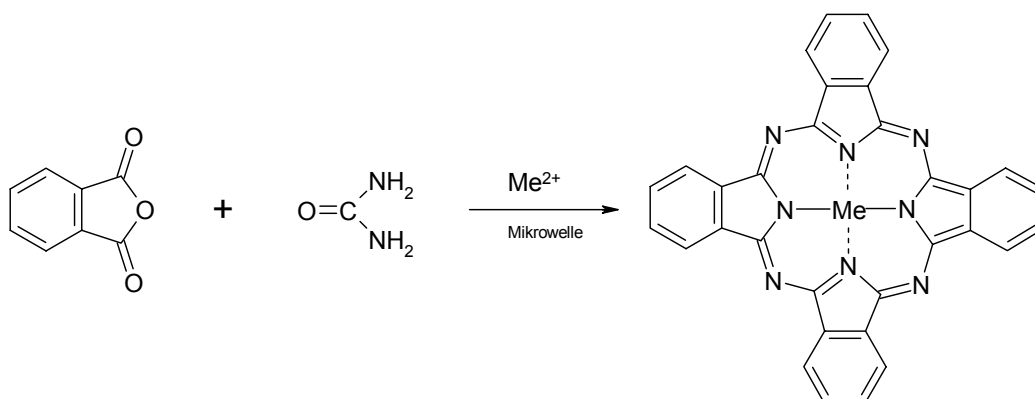
Die **Darstellung von Kupferphthalocyanin** und anderen Phthalocyaninen ist als Schulversuch für den Chemieunterricht der Sekundarstufe II interessant, da hier das Themenfeld Farbstoffe verbindlicher Unterrichtsinhalt ist.

Die Phthalocyanine bilden eine wichtige Pigmentklasse und werden wegen ihrer chemischen und thermischen Stabilität bei der Herstellung von Lack- und Druckfarben verwendet. Kupferphthalocyanin (Heliogenblau B) ist ein intensiv blaues Pigment. Technisch gewinnt man es durch Erhitzen von Phthalsäureanhydrid mit Harnstoff und Kupfer(I)-chlorid unter Zusatz von Borsäure in einem hochsiedenden Lösungsmittel bei etwa 200°C [77]. Die Synthese der Komplexverbindung verläuft nach dieser Vorschrift über mehrere Reaktionsstufen, was der Grund da-

für sein dürfte, dass Schulversuche zur Synthese dieses organischen Farbpigments nicht bekannt sind.

Die Synthese kann jedoch lösungsmittelfrei in wenigen Minuten in einem offenen Reaktionsgefäß im Mikrowellenofen durchgeführt werden und verläuft dabei in einem Reaktionsschritt. Die Umsetzung erfolgt in der Schmelze, so dass die Zugabe von Borsäure und Lösungsmittel entfällt. Als Suszeptor werden wenige Tropfen Wasser in der Reaktionsmischung benötigt [78].

Die Synthese verschieden dotierter Phthalocyanine kann in ergänzenden Versuchen vorgenommen und die Farbigkeit der Produkte verglichen werden. Dabei werden die aciden H-Atome der zwei NH-Gruppen des Ringsystems des Phthalocyanins durch verschiedene Metallatome der Oxidationsstufe +2 substituiert.



## **5 Entwicklung von Experimentiertechniken zur Mikrowellen-Hochtemperaturerzeugung und deren Anwendungen im Chemieunterricht**

Die Arbeiten zur Hochtemperaturerzeugung im Mikrowellenofen ergaben sich aus den Untersuchungen der Erwärmungseigenschaften unterschiedlicher Stoffe im Mikrowellenfeld und führten zur Entwicklung der so bezeichneten Aktivkohle-Suszeptor-Tiegel-Technik (*AST-Technik*).

Der grundlegende Ansatz besteht darin, Substanzen mit sehr guten Suszeptoreigenschaften als Heizquelle für solche Systeme zu nutzen, die sich alleine nicht im Mikrowellenfeld erwärmen lassen oder erst bei höherer Temperatur ankoppeln, das heißt Mikrowellenenergie adsorbieren. Ziel der Entwicklungen war die Erzeugung möglichst hoher Temperaturen  $> 1.000^{\circ}\text{C}$ , da dieser Temperaturbereich mit den bisherigen schulexperimentellen Möglichkeiten nicht erreichbar ist.

Wie die Mikrowellen-AST-Technik im Sinne einer Optimierung und Erweiterung der Hochtemperaturerzeugung im Experimentalunterricht eingesetzt werden kann und dabei den in Abschnitt 2.5 aufgeführten schulspezifischen Anforderungen Rechnung trägt, soll in Abschnitt 5.2 erläutert und in dieser Hinsicht mit den bislang zur Verfügung stehenden schulexperimentellen Möglichkeiten verglichen werden.

Zunächst soll jedoch die AST-Technik und deren Entwicklung dargestellt werden, damit verschiedene Ausführungen in Abschnitt 5.2 verständlich werden.

### **5.1 Entwicklung der Aktivkohle-Suszeptor-Tiegel-Technik (AST-Technik)**

#### **5.1.1 Grundlegende Voruntersuchungen**

Um den Erwärmungseffekt festzustellen, den Mikrowellenstrahlung auf unterschiedliche Stoffe hat, wurde eine Anzahl laborüblicher Chemikalien unter möglichst vergleichbaren Bedingungen im Haushalts-Mikrowellenofen erhitzt. Die Temperaturmessung erfolgte mit einem fokussierbaren Infrarotpyrometer. Es konnte dabei nur ein kleiner Ausschnitt der Oberflächenwärmeabstrahlung der Substanzprobe erfasst werden, da durch ein einzelnes Loch des perforierten Frontblechs fokussiert werden musste. Aufgrund dieser unzulänglichen Messbedingungen und der in Abschnitt 3.3.2.4 diskutierten grundlegenden Probleme der

Reproduzierbarkeit im Haushalts-Mikrowellenofen, wurden die Untersuchungen nicht weiter verfolgt.

Entsprechend den in Abschnitt 3.3.2.5 aufgeführten Untersuchungsergebnissen zur Mikrowellenerwärmung von Feststoffen und den eigenen pyrometrischen Messungen, wurde jedoch Graphit als ein sehr guter Suszeptor für Mikrowellenstrahlung festgestellt. Das Erwärmungsverhalten von gekörntem Graphit oder Graphitpulver ist im Mikrowellenofen sehr gut reproduzierbar.

Wird gekörnte Aktivkohle in einem Mikrowellenofen bestrahlt, glüht die Kohle bereits nach kurzer Zeit auf. Mit pyrometrischen Reihenmessungen wurde eine Temperatur von etwa 1.200 °C der glühenden Aktivkohle ermittelt.

Die sehr guten Suszeptoreigenschaften der Aktivkohle erklären sich durch die Anteile graphitischen Kohlenstoffs und den hohen elektrischen Innenwiderstand aufgrund der ausgeprägten Porenstruktur. Die sehr gute Suszeptibilität des graphitischen Kohlenstoffs ist wohl auf die leichte Anregbarkeit der delokalisierten  $\pi$ -Elektronen der  $sp^2$ -hybridisierten Kohlenstoffatome zurückzuführen. Da durch die Schichtstruktur des Graphits die elektrische Leitfähigkeit parallel der Atomebenen ebenfalls sehr gut ist, können größere Graphitkörper wie etwa Tiegel durch Mikrowellen nur langsam erwärmt werden. Allerdings ist zu beobachten, dass sich sehr dünne Graphitschichten bei Mikrowellenanregung äußerst schnell aufheizen. Der Effekt beruht wahrscheinlich auf dem steigenden elektrischen Widerstand bei sinkendem schichttiefem Querschnitt.

Alternativ zu Graphit und Aktivkohle wurden unterschiedlich gekörntes Silicium und Siliciumcarbid als Suszeptoren getestet. Das Erwärmungsverhalten dieser Suszeptorproben war jedoch nicht ausreichend reproduzierbar.

### **5.1.2 Die Aktivkohle-Suszeptor-Tiegel-Technik (AST-Technik)**

Prinzip der im folgenden beschriebenen Technik ist es, ein feuerfestes Reaktionsgefäß mit Suszeptormaterial zu ummanteln, der dann durch Bestrahlung im Mikrowellenofen stark erhitzt wird. Dadurch soll schließlich auch der Inhalt des Reaktionsgefäßes auf die gewünschte hohe Temperatur gebracht werden.

Bei der Entwicklung und Verbesserung des Verfahrens wurde stets versucht, einerseits technische Aspekte zu optimieren und andererseits den schulexperimentellen Rahmenbedingungen und Möglichkeiten gerecht zu werden. Besondere Problemstellungen waren dabei die Minimierung des Wärmeverlusts, insbesondere durch Abstrahlung, und die Wahl der feuerfesten Materialien.



Bei der Aktivkohle-Suszeptor-Tiegel-Technik, kurz AST-Technik, wird Aktivkohle als Suszeptor und Heizmedium verwendet, die einen feuerfesten Tiegel umgibt. Anfänglich wurde Aktivkohle in Pulverform eingesetzt. Dieses stellte sich jedoch als ungeeignet heraus, da es durch unkontrollierte thermische Effekte immer wieder zu Stauberuptionen kommt, die den Ofen verschmutzen. Dieses Problem wurde durch Verwendung gekörnter Aktivkohle gelöst. Als Reaktionsgefäß wird ein Schmelztiegel aus Porzellan verwendet. Dieser wird in gekörnte Aktivkohle eingebettet. Die Aktivkohle wiederum ist in einer Sandmulde aufgeschüttet. Der Sand in einem feuerfesten Gefäß, zum Beispiel einer Porzellanschale oder einem Tontopf vorgelegt (siehe Abbildung 44). Die beschriebene Versuchsanordnung hat jedoch den Nachteil, dass der Sand vor einer erneuten Versuchsdurchführung gesiebt werden muss, um die Aktivkohle zu entfernen und wieder neu aufzuschütten.



**Abbildung 44:** AST-Element mit Sandschüttung und gekörnter Aktivkohle als Suszeptor

Obwohl Kohle und Tiegel nach Einschalten der Mikrowelle schnell zum Glühen kommen, ist die Erwärmung der Ofeninnenwände und des Frontblechs durch Hitzeabstrahlung nach einer Betriebsdauer von etwa 10 Minuten unkritisch. Da jedoch auch das Sandbad sehr heiß wird, darf es nicht direkt auf den Glasdrehteller gestellt werden. Als stabile und feuerfeste Unterlage eignet sich ein Gasbetonstein. Dieser lässt sich mit einfachem Werkzeug auf die erforderlichen Kantenmaße (z. B. 6 cm x 6 cm x 3 cm) zuschneiden. Der Aufbau wird im Mikrowellenofen ohne Drehteller in einen Bereich hoher Strahlungsintensität gestellt (Abbildung 45) (vergleiche dazu Versuch 3).



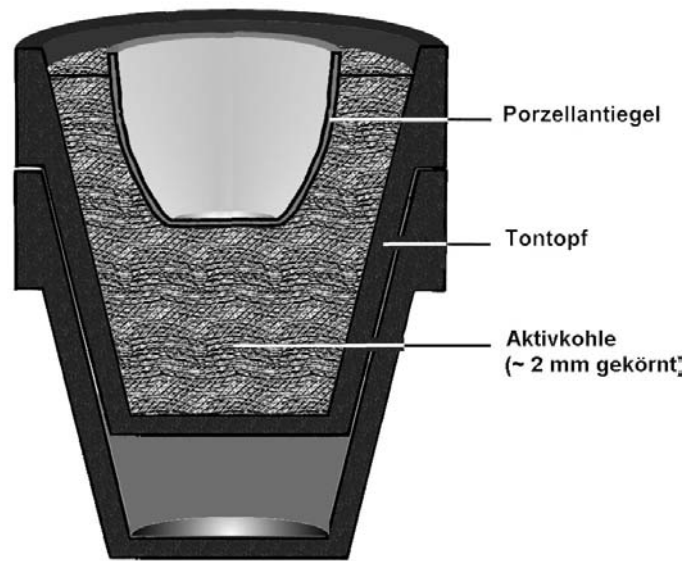
**Abbildung 45:** AST-Element im Mikrowellenofen

Bei der Weiterentwicklung der AST-Technik wurde deshalb auf losen Sand als isolierende Grundlage für die Aktivkohleschüttung verzichtet. Stattdessen wurde ein Tonblumentopf zur direkten Aufnahme der gekörnten Aktivkohle verwendet (Abbildung 46). Aufgrund der relativ großen Menge an eingesetzter Aktivkohle wird die maximale Tiegeltemperatur erst nach etwa vier Minuten Mikrowellenbestrahlung erreicht, bleibt dann aber konstant erhalten und liegt bei etwa 1.200 °C. Durch Verunreinigungen der gekörnten Aktivkohle bedingt kann es anfänglich in geringem Maße zu einer Freisetzung und zum Abbrand von Schwefelverbindungen kommen. Diese Phänomene sind jedoch im Hinblick auf die Betriebssicherheit unbedenklich. Unbefriedigend bleibt bei dieser Versuchsanordnung die thermische Isolation durch den Tontopf, der darüber hinaus durch die thermische Beanspruchung leicht bricht und deshalb zur Stabilisierung in einen zweiten Tontopf gestellt werden muss.

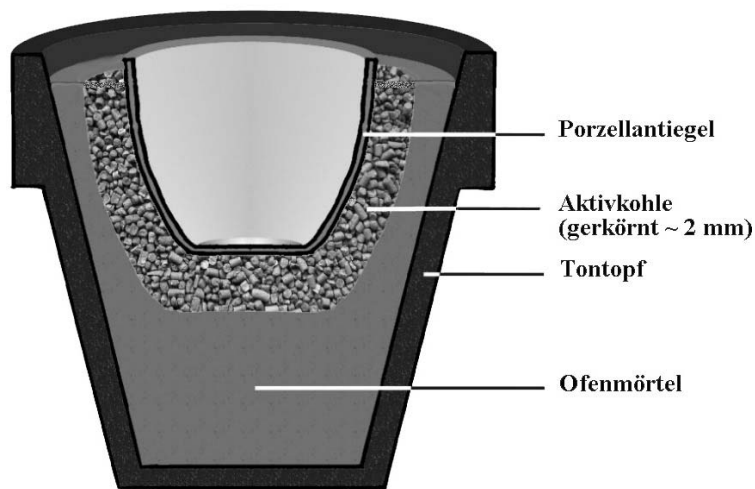
Die Entwicklung der AST-Technik schließt mit einer Lösung ab, bei der Ofenmörtel (aus dem Baumarkt) als Isolation verwendet wird. Als feuerfeste Form für Tiegel und Aktivkohle wird ein kleiner Tonblumentopf vorbereitet. Dieser wird mit hochtemperaturstabilem Ofenmörtel gefüllt. Zur späteren Aufnahme der Ak-

tivkohle und des Tiegels wird die Mörtelfüllung ausgehöhlt (Abbildung 47 und Abschnitt 8.2).

Dieser Aufbau gestattet eine befriedigende Isolation der Aktivkohle und des Tiegels. Die Herstellung ist preiswert und einfach durchführbar. Allerdings ist zum Abbinden und Trocknen des Ofenmörtels ein Zeitbedarf von etwa einem Tag einzurechnen. Das AST-Element kann für fünf bis zehn Versuchsdurchführungen verwendet werden. Ein Austausch wird notwendig, da es durch die thermische Belastung auf Grund des schnellen Aufheizens und langen Glühens zu Rissbildungen im Mörtel kommt und das AST-Element langsam zerfällt.



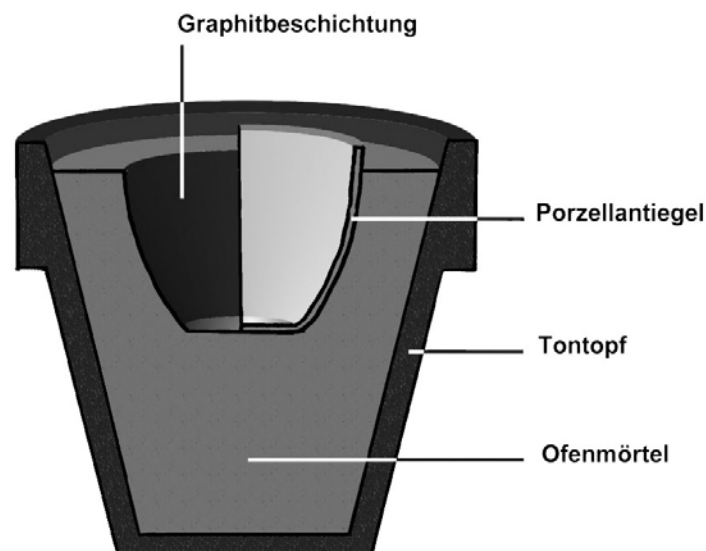
**Abbildung 46:** AST-Element mit doppeltem Tontopf



**Abbildung 47:** AST-Element mit Mörtelform

### 5.1.3 Die Graphit-Suszeptor-Tiegel-Technik (GST-Technik) als Variante der AST-Technik

Als Variante der AST-Technik wurde die **Graphit-Suszeptor-Tiegel-Technik (GST-Technik)** entwickelt. Ausgangspunkt ist auch hier die sehr gute Suszeptibilität des graphitischen Kohlenstoffs, welcher als Heizmedium im Mikrowellenofen eingesetzt wird. Im Unterschied zur AST-Technik wird hier jedoch reines Graphitpulver in dünnen Schichten verwendet. Das Prinzip der GST-Technik besteht darin, dass die Höhlung der hochtemperaturbeständigen Form, welche die Tiegelwand umgibt mit einer dünnen Graphitschicht überzogen wird (Abbildung 48). Die Graphitbeschichtung wird im Mikrowellenofen zum Glühen gebracht und heizt so den Tiegel gleichmäßig.



**Abbildung 48:** GST-Element im Längsschnitt

Da die dünne Graphitschicht bei Verwendung im Mikrowellenofen sehr schnell abbrennen würde, muss der Porzellantiegel hier im Unterschied zur AST-Technik in der genau an die Tiegelwand angepassten Form stehen. Zur Beschichtung der Höhlung benötigt man lediglich ein Graphitspray, wie es im Elektrohandel erhältlich ist. An Stelle des Sprays kann auch mit einer Suspension von Graphitpulver in Isopropanol gearbeitet werden, die mit einem Pinsel aufgetragen wird. Allerdings kommt es auch zum allmählichen Abbrand der dünnen Graphitbeschichtung und so zu einem Verlust an Suszeptormaterial.

Vorteil der *GST*-Technik ist, dass der Suszeptor fest mit der feuerfesten Form verbunden ist und nicht, wie dies bei der *AST*-Technik der Fall ist, bei jedem Versuch neu präpariert werden muss. Allerdings liegt die maximal erreichbare Tiegeltemperatur bei Verwendung der *GST*-Technik im Durchschnitt bei 1.100 °C, also etwa 100 °C niedriger als bei der *AST*-Technik.

Bei einer sehr eleganten, aber teuren Ausführung der *GST*-Technik wird aus Quarzglas ein Tiegel mit passender Hülse hergestellt. Dies kann zum Beispiel durch planes Abschmelzen eines Kegelschliffkerns und einer Kegelschliffhülse erfolgen. Die Außenwand des Tiegels wird mit Graphit dünn beschichtet. Der beschichtete Tiegel wird in die Hülse eingesetzt. Die Tiegelapparatur kann in einen im Querschnitt aufgesägten Nickeltiegel eingesetzt werden. Dieser dient dann als Reflektor für Mikrowellenstrahlung und trägt zur schnelleren Aufheizung des bestrahlten Tiegels bei. Die Tiegelapparatur mit Reflektor wird in die Ofenmörtelform gestellt (Abbildungen 49 und 50).

Bei dieser Ausführung kommt es kaum zum Abbrand der Graphitbeschichtung. Die Ofenmörtelform wird weniger thermisch beansprucht und kann viele Male wiederverwendet werden. Dennoch ist diese Ausführung der *GST*-Technik aus Kostengründen kaum anwendbar, insbesondere da es bei vielen Versuchsvorschlägen zur bleibenden Verunreinigung des Tiegels, hier also des aufwendig hergestellten Quarzgefäßes, kommt. Zur Veraschung organischer Materialien ist diese Ausführung der *GST*-Technik jedoch zu empfehlen.



**Abbildung 49:** Bauteile für das GST-Element aus Quarzglas gefertigt



**Abbildung 50:** GST-Element aus Quarzglas gefertigt

## 5.2 Vergleich der AST-Technik mit klassischen Experimentiertechniken zur Hochtemperaturerzeugung im Schulversuch

Die Erzeugung hoher Temperaturen ist im Experimentalunterricht bisher aus technischen und finanziellen Gründen an Schulen kaum durchführbar. Den meisten Schullaboren stehen lediglich einfache Gasbrenner oder Gebläsebrenner zur Verfügung. Der Umgang mit dem Gebläsebrenner erfordert Übung und ist auf Grund der großen und dabei doch entleuchteten Flamme als relativ gefährlich zu beurteilen. Obwohl die Flammentemperatur des Gebläsebrenners bei ca. 1.300 °C liegt, wird beim Erhitzen von Stoffen eine Glühtemperatur > 1.000 °C nicht ohne weiteren Aufwand erreicht. Ein Porzellantiegel lässt sich in der Brennerflamme zwar nach einiger Zeit zum Glühen bringen, die Temperatur im Tiegelinneren beträgt dabei jedoch nur ca. 900 °C. Werden für den Schulversuch noch höhere Temperaturen benötigt, ist bisher die Anschaffung eines elektrischen Widerstandsofens nötig, mit dem sich je nach Bautyp und Leistungsaufnahme Ofenraumtemperaturen bis zu 1.200 °C erreichen lassen. Solche Laboröfen haben allerdings eine Aufheizdauer zwischen 15 und 110 Minuten und müssen deshalb schon vor der Unterrichtsstunde aufgebaut und in Betrieb genommen werden. Die Anschaffungskosten liegen bei über 1.000 € und sind damit kaum aus den Finanzmitteln der Schulen zu bezahlen.

Die experimentelle Erschließung vieler Themen erfordert jedoch das Glühen oder Schmelzen von Stoffen. Beispiele hierfür sind das Darstellen von Metallen und Metalllegierungen, das Schmelzen von Oxiden zur Glasdarstellung oder das Glühen zur Darstellung von Farbpigmenten. Viele typische Herstellungs- und Verarbeitungsverfahren der chemischen Industrie beinhalten chemische oder physikalische Prozesse, die bei Temperaturen > 1.000 °C ablaufen. Hier seien als weitere Beispiele die Calcination und das Sintern von Keramiken genannt. Die Umsetzung dieser Themen im Experimentalunterricht ist auch aufgrund ihrer starken Alltags-, Lebenswelt und Produktrelevanz sehr wünschenswert.

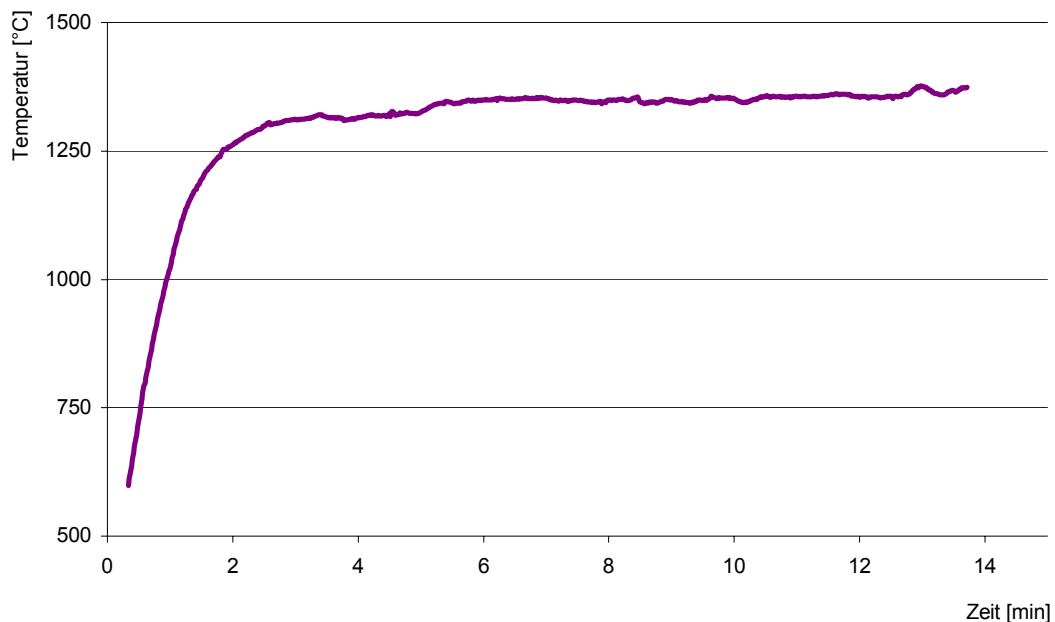
Mit der Mikrowellen-AST-Technik lassen sich nun in einem Porzellantiegel Temperaturen von 1.200 – 1.300 °C erzeugen, die mit einem Gebläsebrenner oder einem kleinen Brennofen nicht erreicht werden können. Damit eröffnet sich dem Chemie-Experimentalunterricht ein großes Spektrum an wichtigen und interessanten Hochtemperaturversuchen. Verschiedene Anwendungsmöglichkeiten wurden im Rahmen dieser Arbeit untersucht und eine Reihe von Schulversuchen dazu entwickelt, die in Abschnitt 8.3 aufgeführt werden.

Der Aufbau ist unkompliziert und erfordert lediglich fünf bis zehn Minuten. Eine Vorlaufzeit, wie dies zum Aufheizen eines Laborofens notwendig ist, entfällt. Auch die Versuchsdauer zum Erhitzen, beziehungsweise Glühen eines Tiegels ist mit einem Zeitrahmen von fünf bis fünfzehn Minuten im Vergleich zum Glühen im Laborofen sehr gering.

Die Zeit- und Temperaturoptimierung, die bei der Hochtemperaturerzeugung mittels AST-Technik im Vergleich zum Laborofen erzielt wird, wurde am Beispiel eines Widerstand-Ofens untersucht.

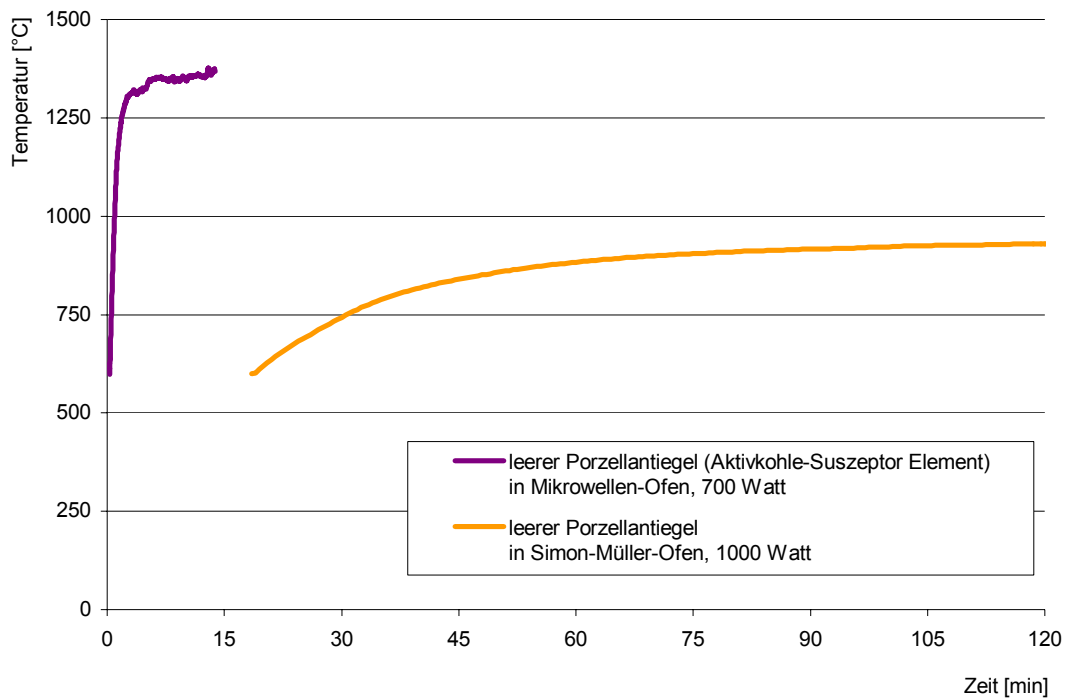
Der verwendete Simon-Müller-Ofen verfügte über eine Leistungsaufnahme von 1.000 Watt. Das Volumen der Ofenkammer betrug etwa 500 cm<sup>3</sup>. In die Ofenkammer wurde als zu erhitzender Testkörper ein 20 ml Porzellantiegel eingestellt. Im Vergleichsversuch wurde dieser Tiegel mit der AST-Technik im Mikrowellenofen erhitzt. Der Aufnahme des Temperaturverlaufs erfolgte mit einem Infrarotpyrometer. Die Messung der Oberflächentemperatur der inneren Tiegelfwand geschah im Falle des Mikrowellenofens durch ein Loch der Frontblechperforation, beim Simon-Müller-Ofen durch ein kleines Loch im Ofendeckel. Das Infrarotpyrometer hatte einen Messbereich von 600 °C bis 1.600°C.

Der Porzellantiegel zeigte bei Anwendung der AST-Technik eine extreme Aufheizrate. Bereits nach etwa vier Minuten war eine stabile Endtemperatur von etwa 1.300°C erreicht (Abbildung 51). Um den Mikrowellenofen nicht zu stark zu belasten, wurde der Versuch nach etwa 20 Minuten abgebrochen. Nach dieser Zeit erreichte die Temperatur im Simon-Müller-Ofen gerade die untere Messgrenze des Pyrometers. Eine Endtemperatur von etwa 900°C stellte sich nach etwa 75 Minuten ein (Abbildung 52).



**Abbildung 51:** Temperaturverlauf der Erwärmung eines 20 ml Porzellantiegels mit AST-Technik in der Mikrowelle





**Abbildung 52:** Temperaturverlauf der Erwärmung eines 20 ml Porzellantiegels mit AST-Technik in der Mikrowelle und im Simon-Müller-Ofen

Die Anschaffungskosten für den benötigten Haushalts-Mikrowellenofen betragen im Mittel zur Zeit (Jahr 2004) 70 €, liegen damit weit unter denen für elektrisch beheizte Laboröfen und können mit den laufenden Finanzmitteln der meisten Schulen wohl getragen werden. Die Materialkosten für die AST-Technik ohne Porzellantiegel betragen etwa 0,40 € pro Versuch. Durch die direkte Anregung der Aktivkohle als Heizmedium fokussiert sich die eingebrachte Heizenergie auf den Porzellantiegel. Im Vergleich dazu muss beim Laborofen die gesamte Auskleidung des Ofenraumes, bestehend aus Schamottesteinen, aufgeheizt werden. Die Betriebskosten liegen dadurch für den Mikrowellenofen bei gleicher Leistungsaufnahme niedriger. Geeignet sind gerade die preiswerten und in ihrer Ausstattung einfachen Mikrowellenöfen. Diese Geräte sind robust, sehr einfach zu bedienen und zu reinigen.

Die AST-Technik ist sowohl für den Demonstrationsversuch, als auch für das Schülerexperiment geeignet. Eingeschränkt ist der Einsatz im Demonstrationsversuch jedoch dadurch, dass die Beobachtung des Versuchsablaufs während des Erhitzens beziehungsweise Glühens nicht von allen Schülern gleichzeitig erfolgen kann. Dieses Problem kann dadurch gelöst werden, dass der Experimentator die Schüler einzeln oder in kleinen Gruppen vor das Mikrowellengerät treten lässt,

damit diese die Vorgänge im Ofenraum beobachten und gegebenenfalls den anderen Mitschülern mitteilen können. Eine andere Lösung bietet die Möglichkeit der Videoübertragung auf einen Monitor oder die Videoprojektion. Die Möglichkeit der kontinuierlichen Beobachtbarkeit des Versuchsablaufes im Ofeninnenraum stellt an sich jedoch schon einen Vorteil der Mikrowellen-AST-Technik dar. Labor- beziehungsweise Brennöfen können während des Betriebs nur kurz zur Beobachtung des Versuchsfortschritts geöffnet werden, eine kontinuierliche Beobachtung ist auch mit medialen Hilfsmitteln kaum möglich.

Mit der Haushalts-Mikrowelle steht ein leichtes, gut transportables Gerät zur Verfügung, das unkompliziert auch für Schülerversuche aufgestellt werden kann. Die Anschaffung mehrerer Geräte erscheint aufgrund des relativ niedrigen Preises realistisch, so dass Schülergruppen parallel experimentieren können.

Das Gefährdungspotential ist bei Beachtung der Versuchsvorschriften und der grundsätzlichen Bedienungsvorschriften überschaubar. Eine Gefährdung der Schülerinnen und Schüler durch Verbrennungen besteht zwar auch bei der Mikrowellen-AST-Technik, beschränkt sich jedoch auf das erhitzte AST-Element und den glühenden Tiegel. Eine Gefährdung durch heiße Geräteoberflächen oder den Innenraum des Ofens, wie bei es bei elektrisch beheizten Öfen der Fall ist oder durch offenes Feuer, wie beim Gebläsebrenner, ist hier nicht gegeben. Sollen Schülergruppen mit der Mikrowellen-AST-Technik arbeiten, müssen die Arbeitsabläufe, die Schutzmaßnahmen und das manuelle Vorgehen unbedingt vorher durchgesprochen und vorgeführt werden.

Wichtig in diesem Zusammenhang ist auch die gute Übersichtlichkeit, Durchführbarkeit und Verständlichkeit der Mikrowellen-AST-Technik für Schüler. Als Arbeitsgerät im Labor erscheint der Mikrowellenofen zunächst ungewohnt, ist aber von seiner Funktion den Schülern meist bekannt. Das AST-Element kann mit einfachen und ungefährlichen Materialien und Geräten von den Schülern selbst hergestellt werden. Etwas Übung erfordert das Befüllen des AST-Elements mit der Aktivkohle, stellt aber keine manuelle Schwierigkeit dar. Genauso verhält es sich beim Umgang mit der Tiegelzange zum Fassen des heißen AST-Elements. Die einzelnen Arbeitsabläufe sind nach bisherigen Erfahrungen für die Schüler gut verständlich und können beim Experimentieren nachvollzogen werden.

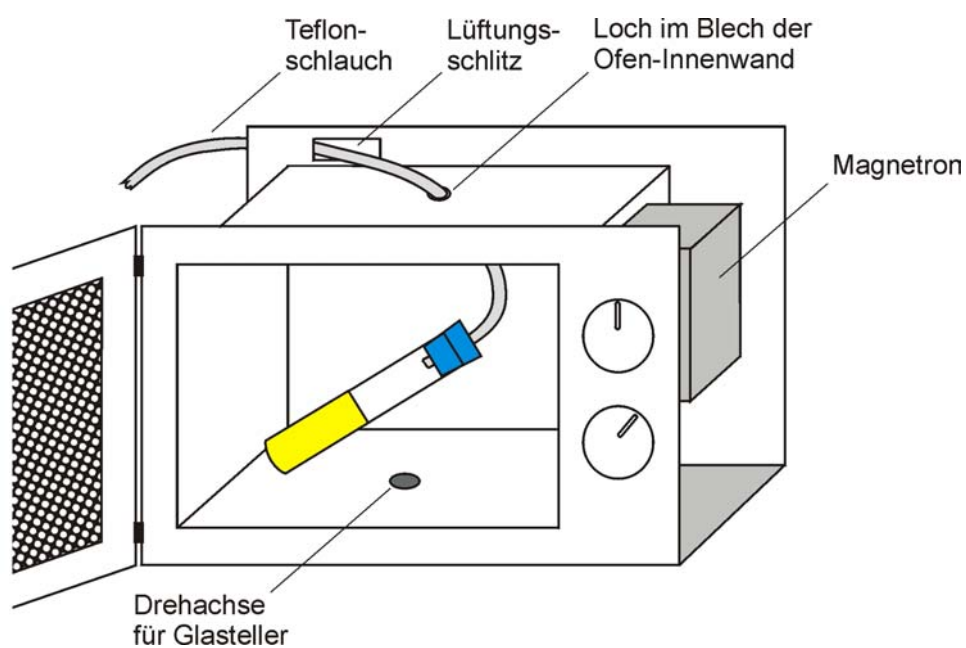
### 5.3 Ausrüstung des Haushalts-Mikrowellenofens mit Gasableitung

Prinzipiell verbietet sich der Einsatz des Haushalts-Mikrowellenofens, wenn die zu erhitzenden Stoffe während der Verweildauer im Ofen-Innenraum leichtentzündliche Gase oder Dämpfe entwickeln und diese freigesetzt werden können (siehe Abschnitt 3.4). Mit einem dünnen Teflonschlauch kann jedoch der Haushalts-Mikrowellenofen so ausgerüstet werden, dass solche Versuche in kleinem Maßstab dennoch gefahrlos durchgeführt werden können.

Die Ausrüstung des Ofens mit Teflonschlauch ermöglicht die Durchführung einer Anzahl anorganischer und organischer Pyrolyseversuche, sowie anderer Reaktionen, bei denen gas- oder dampfförmige Reaktionsprodukte abgeführt werden müssen oder außerhalb des Mikrowellenofens aufgefangen werden sollen. Auch das Einleiten von Gasen in eine im Ofenraum befindliche Reaktionsapparatur ist nun möglich.

Es eignen sich nur solche Mikrowellenöfen, die werkseitig über ein Loch mit einem Durchmesser von mindestens 6 mm im Blech der Decke des Ofen-Innenraums verfügen. Solche Geräte findet man im Elektrohandel häufig in der unteren Preisklasse (60 bis 80 €). Zur Montage des Teflonschlauchs muss das äußere Verkleidungsblech abgeschraubt werden. Der Schlauch mit einem Durchmesser von 6 mm und etwa 80 cm Länge wird durch das nun freiliegende Loch des Deckenblechs geschoben, bis das Schlauchende etwa zehn Zentimeter in den Ofen-Innenraum hineinragt. An dieses Schlauchende wird später das Reaktionsgefäß angeschlossen. Das andere Ende des Teflonschlauchs führt man durch einen der Belüftungsschlitze des Bodenblechs oder des Rückenblechs vom Ofen-Zwischenraum nach außen. An dieses Schlauchende kann später zum Beispiel ein Gasometer zum Auffangen von Reaktionsgasen oder eine Druckflasche zum Einleiten eines Gases angeschlossen werden (Abbildung 53). Nachdem man den Schlauch in möglichst kurzer Strecke und knickfrei im Ofen-Zwischenraum verlegt hat, wird das äußere Verkleidungsblech wieder angeschraubt. Der Glasdreheller des Mikrowellenofens wird entfernt.

Hier soll ausdrücklich betont werden, dass bei dieser Ausrüstung keine sicherheitsrelevanten Veränderungen am Gerät vorgenommen werden!



**Abbildung 53:** Schematische Darstellung eines Haushalts-Mikrowellenofens ohne äußeres Verkleidungsblech mit Teflonschlauch ausgerüstet.

## 5.4 Anwendungen der AST-Technik im Schulversuch

Ziel der Untersuchungen und Entwicklungen zur Anwendung der AST-Technik im Schulversuch war es, die schulexperimentellen Möglichkeiten im Bereich der Darstellung von Hochtemperaturprozessen und -reaktionen zu optimieren und zu erweitern.

Prinzipiell bieten sich hier alle Schmelzprozesse und Reaktionsprozesse im Temperaturbereich von 1.000°C bis 1.200°C an. Höhere Temperaturen können mit der AST-Technik kaum erreicht werden, niedrigere Temperaturen sind einfacher mit einem Gasbrenner erreichbar.

Es wurden folgende Anwendungsmöglichkeiten untersucht:

- Darstellen und Schmelzen von Gläsern
- Schmelzen von Metallen
- Darstellen von Metallen durch Reduktion der Metalloxide
- Darstellen von Metalllegierungen
- Darstellen anorganischer Farbpigmente und Luminophore
- Glühen von Gips

### 5.4.1 Darstellen und Umschmelzen von Gläsern von Altglas

Die Beschäftigung mit dem Werkstoff Glas im Chemieunterricht oder in Projektwochen ist bei Schülern wie auch bei Lehrern sehr beliebt. Der thematische Zugang ist vielfältig, finden doch Gläser gerade in unserer Zeit zahlreiche neue, äußerst vielseitige Anwendungen. Das Schmelzen von Gläsern ist im Hinblick auf das Recycling von Altglas, insbesondere Flaschenglas, von besonderer ökologischer und ökonomischer Bedeutung.

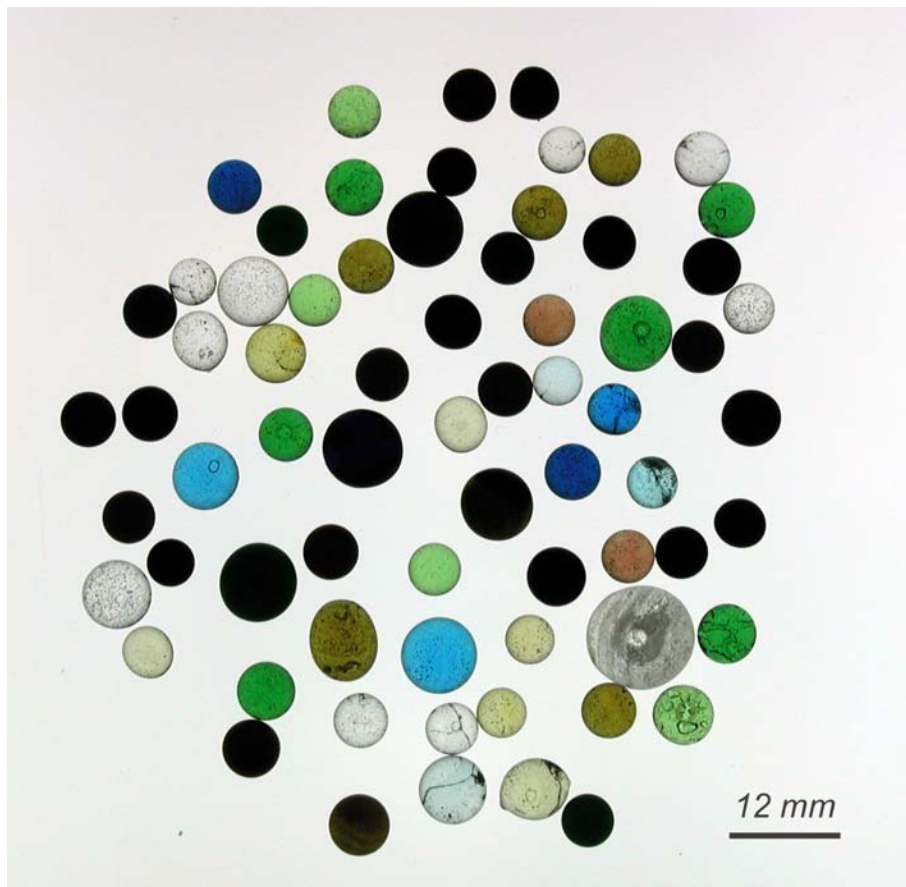
Fast sämtliche in der Technik wichtigen Gläser haben jedoch eine Schmelztemperatur von über 1.000 °C. Reines Quarzglas wird bei etwa 2.000 °C geschmolzen, Flaschengläser bei etwa 1.200 °C. Mit den in Schulen üblichen Gasbrennern können solche Temperaturen kaum erzeugt werden. Selbst mit Gebläsebrennern werden nur nach längerem Erhitzen Tiegeltemperaturen von etwa 1.000 °C erreicht. Um überhaupt das hochinteressante Gebiet der Gläser experimentell zugänglich zu machen, wird in der methodisch-didaktischen Literatur bisher vor allem die Herstellung von Bleiboratgläsern empfohlen, die bereits bei etwa 750 °C geschmolzen werden können [79]. Die Verwendung von Bleiverbindungen ist je-

doch im Schülerexperiment nicht erlaubt und sollte auch im Demonstrationsexperiment vermieden werden, da beim Schmelzen der Glasmischung Rauchemissionen auftreten.

Unter Verwendung der AST-Technik wurde die Schmelzbarkeit verschiedener Gemenge zur Darstellung von bleifreiem Borsilikatglas untersucht. Sehr gute Schmelzeigenschaften zeigt hierbei ein Gemenge der Zusammensetzung 5%  $\text{SiO}_2$ , 10%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 10%  $\text{CaCO}_3$ , 55%  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 20 %  $\text{LiCO}_3$ . Das Gemenge schmilzt im Verlauf von etwa 4 Minuten im Tiegel des AST-Elements im Mikrowellenofen zusammen (Abbildung 54). Die Schmelze ist nach 10 Minuten weitgehend geläutert, das heißt frei von Gasblasen, die bei der thermischen Zersetzung der Carbonate entstehen. Nach dem Herausnehmen des Tiegels aus dem Mikrowellenofen bleibt die Schmelze noch etwa eine halbe Minute soweit flüssig, dass kleine Glas-tropfen gegossen werden können (Abbildung 55) (Abschnitt 8.3 Versuch 29).



**Abbildung 54:** Glasschmelze während der Bestrahlung im AST-Element im Mikrowellenofen



**Abbildung 55:** Mit AST-Technik hergestellte Glasperlen

Mit der AST-Technik gelingt es weiterhin problemlos, unterschiedliche gängige Glassorten, zum Beispiel Fensterglas und Lampenglas zu schmelzen. Das Umschmelzen von Flaschenglas oder Duran<sup>®</sup>-Glas, zeigt etwa die Grenze der AST-Technik auf. Die erhaltene Schmelze lässt sich zu Fäden ziehen, ist jedoch nicht so flüssig, dass sie sich gießen lässt. Noch höher schmelzende Glassorten wie Pyrex<sup>®</sup>-Glas oder etwa Quarzglas sind auch durch dieses Verfahren nicht zugänglich (Abschnitt 8.3 Versuche 30, 31).

Untersucht wurden auch die experimentellen Möglichkeiten der Darstellung von Emails, so wie der Glasfärbung.

Mit der AST-Technik gelang das Emaillieren kleinerer Kupfermünzen (Abschnitt 8.3 Versuch 32). Größere Metallgegenstände konnten nicht erfolgreich emailliert werden, da es hier beim Abkühlen in allen Fällen zum Bruch der Emailschiicht kam.

Gefärbte Gläser wurden durch Zusatz von Spuren Kobalt(II)-oxid (tiefblau), Kupfer(II)-sulfat (blau), Chrom(III)-oxid (grün) zum Glasgemenge hergestellt (Ab-

schnitt 8.3 Versuch 29). Die Rotfärbung von Glas stellte eine besondere experimentelle Herausforderung dar und wurde von den Schülern im Rahmen des NaT-Working-Projekts versucht (siehe Kapitel 6).

#### 5.4.2 Schmelzen von Metallen

Das Schmelzen ist unter anderem beim Metall-Recycling von großer Bedeutung. In der Literatur finden sich deshalb immer wieder Vorschläge für Unterrichtseinheiten und Experimente, insbesondere zum Recycling von Aluminium und Silber. Dabei erscheint jedoch das Umschmelzen hinsichtlich der benötigten Temperatur beziehungsweise der verwendeten Chemikalien problematisch.

BLUME beschreibt im jüngsten Beitrag zum Thema Aluminium-Recycling das Umschmelzen von Aluminiumfolie unter Verwendung von zwei Bunsenbrennern, als Flussmittel wird Natriumfluorid eingesetzt [80], dessen Verwendung in der Schule bedenklich ist.

Das Umschmelzen von Aluminiumstücken wurde unter Verwendung der AST-Technik untersucht und bietet im Ergebnis eine gute Alternative zu den vorhandenen Versuchsvorschlägen. Als Flussmittel wird hierbei Natriumchlorid verwendet. Dieses ist im Gegensatz zum Natriumfluorid ungiftig und lässt sich mit der AST-Technik problemlos in kurzer Zeit schmelzen (Abschnitt 8.3 Versuch 33).

Im Themenbereich Metallrecycling wird häufig auch die Aufarbeitung von Silberabfällen als Schulversuch beschrieben [z. B. 81]. Dabei handelt es sich um die Zementation von Silber aus verbrauchten silbersalzhaltigen Fixier- und Bleichbädern durch Zugabe von Zink. Das Silber fällt dabei als schwarzes Metallpulver an und wird nicht weiter aufgearbeitet. Da die Schmelztemperatur des Silbers  $961^{\circ}\text{C}$  beträgt, kann das Pulver auch nicht mit dem schulüblichen Gasbrenner zu einem Regulus geschmolzen werden.

Die Schüler haben jedoch häufig Schwierigkeiten, dieses Produkt als reines elementares Silber zu akzeptieren, da ihnen Silber aus ihrer Lebenswelt als hell metallisch-glänzender Stoff im Bewusstsein ist.

Es erschien deshalb sinnvoll zu untersuchen, ob das pulverförmige Silber mit Hilfe der AST-Technik zu einem Regulus umgeschmolzen werden kann, der dann das typische Aussehen von metallischem Silber zeigt.

Schwarzes Silberpulver, das durch Zementation von Silbersalzlösung erhalten wurde, konnte ohne großen Aufwand im AST-Element innerhalb von etwa zehn Minuten bei ca.  $1.000^{\circ}\text{C}$  unter einer Borax-Schmelze zu einem silbermetallisch glänzenden Regulus geschmolzen werden kann (Abbildung 56) (Abschnitt 8.3 Versuch 34).





**Abbildung 56:** Mit AST-Technik hergestellter Silberregulus

### 5.4.3 Darstellen von Metallen durch Reduktion der Metalloxide

Die Herstellung von Gebrauchsmetallen, insbesondere von Kupfer und Eisen, ist bereits im Anfangsunterricht Chemie verbindlicher Lerninhalt und wird in den folgenden Jahrgangsstufen immer wieder in unterschiedlichen Zusammenhängen thematisiert.

Zur Metalledarstellung beschreibt die Literatur zwar einige Schulexperimente [z. B. 82], jedoch bleiben gerade die vorgeschlagenen Experimente zu technisch interessanten Hochtemperaturreaktionen, bei denen Kohlenstoff als Reduktionsmittel eingesetzt wird, im Ergebnis unbefriedigend.

Die großtechnische Herstellung vieler Metalle erfolgt durch Reduktion der Erze bei hoher Temperatur. Zugeschlagenes Reduktionsmittel ist dabei häufig Kohlenstoff.

Untersucht wurden im Rahmen dieser Arbeit die Reduktion von Kupfer(II)-oxid und Eisen(III)-oxid mit Aktivkohle, mit dem Ziel, die Quantität und Qualität der Metallausbeute zu verbessern.

## Kupferdarstellung

Großtechnisch wird Rohkupfer durch Rösten und Umsetzen sulfidischer Kupfererze gewonnen. Ein Reduktionsmittel wird hier nicht zugeschlagen.

Im Schulversuch sollte jedoch kein sulfidisches Kupfererz oder Kupfersulfid als Modellsubstanz verwendet werden, um die Entwicklung von Schwefeldioxid zu vermeiden. Im Reagenzglasversuch ist es jedoch möglich, Kupferbronze aus einer Mischung von Kupfer(II)-oxid und Kohlepulver durch Glühen darzustellen. Das Kupfer liegt dabei am Ende der Reaktion feinverteilt im Pulvergemenge vor und kann nicht ohne weiteres aus dem Gemenge isoliert werden.

Zur Darstellung von Kupfer im Mikrowellenofen bietet sich Kupfer(II)-oxid an, da es selbst gute Suszeptoreigenschaften hat und so direkt im Mikrowellenfeld erhitzt werden kann. Im Tiegel des AST-Elements lässt sich Kupfer(II)-oxid gemischt mit gekörnter Aktivkohle sehr effektiv zur Reaktion bringen. Da Aktivkohle als Reduktionsmittel und zugleich als Suszeptor dient. Nach etwa fünf Minuten ist die Umsetzung beendet und das elementare Kupfer liegt im Tiegel neben restlicher Aktivkohle als Schmelze vor. Diese lässt sich auf einer feuerfesten Unterlage ausgießen und erstarrt zu einem Metallregulus, der nur an seiner Oberfläche wieder oxidiert ist (Abbildung 57) (Abschnitt 8.3 Versuch 35).



**Abbildung 57:** Mit AST-Technik hergestellte Kupferreguli

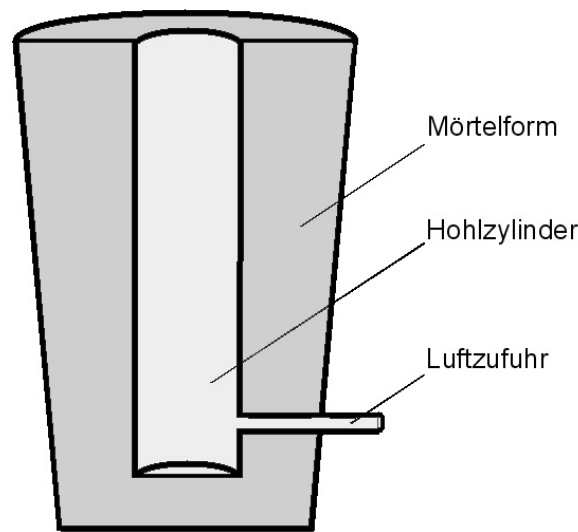
## Eisendarstellung

Eisen ist das wichtigste Gebrauchsmetall. Deshalb ist die Darstellung der Roheisengewinnung durch Reduktion oxidischer Eisenerze mit Koks im Hochofen ein verbindlicher Unterrichtsinhalt. Im Schulexperiment wird jedoch der in seiner Durchführung spektakuläre Aluminothermische Prozess zur Herstellung von Eisen gezeigt, der aber nur von eingeschränkter technischer Relevanz ist. Der *Hochofenprozess* kann als Modellversuch nur mit großem zeitlichen Aufwand durchgeführt werden. Modellexperimente zum Hochofenprozess wurden beschrieben

[83], gestalten sich jedoch schwierig. Prinzipiell wird dabei rotes Eisenoxid mit Koks und Aktivkohle gemischt und in einem ausreichend temperaturbeständigen Zylinder (beispielsweise Quarzglas) zur Reaktion gebracht. Dazu wird zunächst etwas Aktivkohle am Boden des Zylinders durchgeglüht, indem diese angezündet und von unten ein Luftstrom über die Aktivkohle geleitet wird. Glüht die Kohle ausreichend, werden abwechselnd Eisenoxid und Koks darüber geschichtet. Der Luftstrom bleibt erhalten und wird entsprechend reguliert, so dass die Reaktion vollständig abläuft. Nach beendeter Reaktion und einer Abkühlzeit soll dann im Idealfall ein Roheisenregulus der Apparatur entnommen werden können. Problematisch ist bei diesem Vorgehen besonders die Regulierung der Luftzufuhr, die indirekt die Temperatur und damit den Reaktionsprozess im Zylinder bestimmt. Der Fortgang der Reaktion durch den Zylinder geschieht nur langsam. Meist erhält man bei diesem Modellversuch zwar ein magnetisches Produkt, das jedoch kein Roheisen ist, sondern durch Teiloxidation oder Reoxidation entstandenes ferrimagnetisches Eisenoxid.

Die Möglichkeit der Reduktion von Eisen(III)-oxid mit Aktivkohle als Reduktionsmittel wurde untersucht, da sowohl die Aktivkohle als auch das Eisen(III)-oxid sehr gute Suszeptoreigenschaften aufweisen und unter diesen Bedingungen die Erzeugung einer Eisenschmelze zur Gewinnung eines Eisenregulus als möglich erschien.

Aus feuerfestem Mörtel wurde ein einseitig geschlossener Hohlzylinder hergestellt an dessen geschlossenem Ende ein Loch zur späteren Luftzufuhr belassen wurde (Abbildung 58). Der Zylinder wurde nun mit abwechselnden Schichten von Aktivkohle und rotem Eisenoxid befüllt. Der Haushalts-Mikrowellenofen war mit Teflonschlauch ausgerüstet (siehe Abschnitt 5.3). Der Teflonschlauch wurde einerseits im Ofenraum mit dem Loch am Boden des Hohlzylinders verbunden, außen andererseits an ein Luftgebläse angeschlossen. Die obere Öffnung des Mörtel-Zylinders wurde abgedeckt. Die Reaktion zwischen Aktivkohle, der eingeblasenen Luft und dem Eisenoxid konnte nun ohne weiteres im Mikrowellenofen gestartet werden.



**Abbildung 58:** Mörtelform zur Reduktion von Eisenoxid mit Aktivkohle unter Luftzufuhr im Mikrowellenofen

Diese Versuchsanordnung verliert zwar an Modellcharakter, da hier Mikrowellenenergie eingetragen wird, jedoch erscheint hier die erforderliche Reaktionstemperatur besser erreichbar als beim oben beschriebenen Versuchsaufbau und auch der Reaktionsfortgang ist schneller. Allerdings ist auch hier die Regulierung der Luftzufuhr problematisch, da Luftsauerstoff einerseits ausreichend zur Reaktion mit der Aktivkohle zur Verfügung stehen soll, andererseits zu viel Luftsauerstoff zur Abkühlung und Reoxidation der Roheisenschmelze am Boden des Zylinders führt.

Bei den meisten Versuchsdurchführungen mit diesem Verfahren wurden mehrere kleine kugelige Eisenreguli erhalten, die magnetisch waren und mit Salzsäure unter Wasserstoffentwicklung reagierten (Abschnitt 8.3 Versuch 36).

Die Bauweise der Mörtelform, sowie die Versuchsdurchführung wurden in Reihenversuchen variiert. Die besten Ergebnisse wurden dabei mit der beschriebenen Vorgehensweise erzielt und waren ausreichend reproduzierbar.

#### 5.4.4 Darstellen von Messing- und Bronzelegierungen

Im Anfangsunterricht werden Metallegierungen als Beispiele der homogenen Mischung von Feststoffen angesprochen, im fortgeschrittenen Chemieunterricht als sogenannte maßgeschneiderte Werkstoffe thematisiert. Dabei erscheinen Messinge und Bronzen aus lebensweltlicher so wie auch aus historischer Sicht als sehr wichtige Metallegierungen. Als Münz- und Gebrauchsmetalle sind viele Messinge und Bronzen, sowie verschiedene andere kupferhaltige Legierungen von kulturgeschichtlicher Bedeutung, wie schon die Namen *Münzkupfer* ( $\text{CuSn4Zn1}$ ),

*Groschenbronze* (CuAl10), *Glockenbronze* (CuSn20) und *Kunstbronze* (CuSn10Zn2Pb2) verraten.

Das Herstellen von Messingen (Kupfer/Zink-Legierungen), Bronzen (Kupfer/Zinn-Legierungen) und Silber/Kupfer-Legierungen durch Schmelzen der entsprechenden Pulvergemenge ist mit einem einfachen Gasbrenner oder mit einem kleinen Tiegelofen nicht möglich. Schulexperimentell ist bisher lediglich die Darstellung von Messing als Oberflächenbeschichtung von Kupfermünzen von Bedeutung [82]. Es wurde deshalb die Möglichkeit untersucht, verschiedene Kupferlegierungen und kupferhaltige Legierungen unter Verwendung der AST-Technik darzustellen. Auf die Herstellung von Kunstbronze wurde allerdings wegen des Bleianteils verzichtet, dafür mit Phosphorbronze ein Beispiel aufgenommen, in dem ein Nichtmetall Legierungsbestandteil ist. Weiterhin wurden Schulversuche zur Darstellung von Silber/Kupfer-Legierungen entwickelt. Das benötigte Silberpulver kann ebenfalls im Schulversuch aus fotografischen Bädern gewonnen werden. Eine Anleitung dazu findet man in der angegebenen Literatur [81].

Es wurden mit der AST-Technik erfolgreich folgende Legierungen dargestellt:

- Kupfer/Zink-Legierungen (Messinge) (Versuch 37):  
Rotmessing (CuZn20), Gelbmessing (CuZn40), Weißmessing (CuZn80)
- Kupfer/Zinn-Legierungen (Bronzen) (Versuch 38):  
Glockenbronze (CuSn20), Münzkupfer (CuSn4Zn1), Groschenbronze (CuAl10), Phosphorbronze (CuSn7P1)
- Silber/Kupfer-Legierungen (Versuch 39):  
Münzsilber (AgCu10), Geschirrsilber (AgCu20)

Für Schulversuche ist es empfehlenswert, mehrere Schmelzversuche anzusetzen, bei denen der Mengenanteil des Legierungszusatzes (Zink, bzw. Zinn) schrittweise erhöht wird, um dessen Einfluss auf die Materialeigenschaft des Produkts zu beobachten. Bei den Messinglegierungen ist dies optisch vom Rotmessing über das Gelbmessing zum Weißmessing besonders gut zu erkennen (Abbildung 59) (Abschnitt 8.3 Versuche 37-39).



**Abbildung 59:** Mit AST-Technik hergestellte Messinge: Rotmessing (Links), Gelbmessing (Mitte) und Weißmessing (Rechts)

### 5.4.5 Darstellung anorganischer Farbpigmente und Luminophore

Im Themenfeld der Farbchemie wird die Verwendung anorganischer Pigmente und deren Herkunft im Chemieunterricht meist unter kulturhistorischen Aspekten betrachtet. Die Verwendung des Pigments Ultramarin-Blau und dessen Gewinnung aus dem Mineral *Lasurit (lapis lazuli)* ist dabei besonders prominent. Für anorganische Farbpigmente wird in Schulbüchern meist die mineralische Herkunft angegeben. Auf Synthesemöglichkeiten wird nur selten eingegangen.

Experimentell sind intensiv gefärbte anorganische Farbpigmente im Zeitrahmen einer Unterrichtsstunde meist nur als Farblacke darstellbar, zum Beispiel Thenards-Blau als Farblack beim Nachweis von Aluminium oder Rinmans-Grün beim Nachweis von Zink. Die Synthese größerer Pigmentmengen erfordert meist lange Glühzeiten der Reaktionsmischung bei hohen Temperaturen und weitere Arbeitsschritte zur Aufarbeitung des synthetisierten Farbpigments.

Die Möglichkeit der Darstellung von Thenards-Blau und Rinmans-Grün durch Mikrowellenerhitzung des Reaktionsgemenges mit Hilfe der AST-Technik wurde untersucht. Die zumindest vom optischen Eindruck erfolgreiche Umsetzung verlief dabei mit drastisch verkürzter Glühdauer. Wahrscheinlich kommt es hierbei zu einer direkten Energiedissipation in der Reaktionsmischung, nachdem diese im AST-Element zum Glühen gebracht wurde.

Mit der AST-Technik können Farbpigmente in wenigen Minuten dargestellt werden. Die Qualität des Produkts ist zur optischen Unterscheidung von der Ausgangsmischung völlig ausreichend.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Reindarstellung der Produkte nicht angestrebt. Vor dem Hintergrund der Lernziele des Chemieunterrichts erscheint dies auch sekundär. Im Vordergrund steht, die deutliche Unterscheidbarkeit des Produkts von den Edukten, nicht das reine industrielle Produkt.

#### Thenards-Blau und Rinmans-Grün

Kommerziell überaus erfolgreich war der französische Chemiker Louis-Jacques THENARD mit der Darstellung des blauen Cobalt-Aluminium-Spinells  $\text{CoO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$  durch Glühen von Cobaltcarbonat mit Aluminium(III)-oxid und Kaliumchlorid als Flussmittel. Als tiefblaues Farbpigment ist *Thenards Blau* aufgrund guter chemischer Beständigkeit eine begehrte Tonwarenfarbe [74 S. 1134, 84, S. 472].

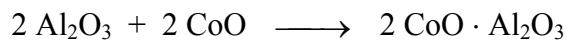
Das in dieser Arbeit entwickelte Experiment zur Darstellung von Thenards-Blau geht von einer Mischung bestehend aus Cobalt(III)-oxid und Aluminiumoxid aus. Für den Schulunterricht ist diese Darstellung des Pigments auch deshalb interes-

sant, da die Ausgangsmischung grau erscheint, das Produkt nach dem Glühen und Abkühlen jedoch intensiv blau gefärbt ist. Die Stoffänderung ist also sehr gut zu beobachten (Abschnitt 8.3 Versuch 40).

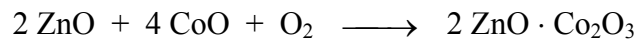
Diese Stoffänderung ist auch bei der Darstellung von Rinmans-Grün  $\text{ZnO} \cdot \text{Co}_2\text{O}_3$  sehr gut zu beobachten, man erhält hier ebenfalls ein intensiv gefärbtes Produkt (Abschnitt 8.3 Versuch 41). Auch hier wird Cobalt(III)-oxid eingesetzt, das mit Zinkoxid gemischt und in Gegenwart von Luftsauerstoff geglüht wird.

Es wird Cobalt(III)-oxid verwendet, da dieses für Schülerexperimente zugelassen ist und darüber hinaus ein sehr guter Mikrowellensuzzeptor ist. Das Cobalt(III)-oxid geht beim Glühen in Cobalt(II)-oxid über [74, S. 1149], so dass die Umsetzungen wie folgt formuliert werden können:

Thenards-Blau:



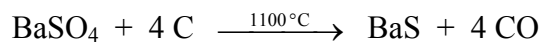
Rinmans-Grün:



### ***Bologneser Leuchtstein***

Optisch interessant und von historischem Interesse ist die Darstellung des ersten je beschriebenen anorganischen Luminophors, des sogenannten *Bologneser Leuchtsteins*. Die Herstellung gelang 1602 dem Schuster Vincentinus CASCIAROLUS in Bologna durch mehrmaliges Glühen einer Mischung von Schwerspat und Weizenmehl [74, S. 1134].

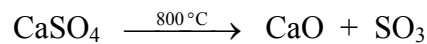
Im Schulexperiment kann dieses Luminophor in befriedigender Ausbeute und Qualität durch intensives Glühen einer Mischung von Bariumsulfat-Pulver und Weizenmehl im AST-Element hergestellt werden (Abschnitt 8.3 Versuch 42). Das Mehl verbrennt zunächst langsam. Das Bariumsulfat wird durch das zu feinpulvrigen Kohlenstoff verbrannte Mehl zu Bariumsulfid reduziert.



Als Produkt erhält man nach dem Abkühlen einen grau-braunen, porösen Feststoff, der unter dem UV-Licht intensiv orange luminesziert und im Dunkeln einige Sekunden nachleuchtet. Reines Bariumsulfid zeigt keine luminophore Eigenschaft. Spurenanteile von Schwermetallsalzen im Weizenmehl ( $10^{-2}$  %) verursachen als Aktivatoren das Nachleuchten des *Bologneser Leuchtsteins*.

### 5.4.6 Glühen von Gips

Durch Erhitzen von Calciumsulfat auf über 800 °C kann Schwefeltrioxid und Calciumoxid gewonnen werden.



Dieses ist der erste Reaktionsschritt der Gewinnung von Schwefelsäure nach dem MÜLLER-KÜHNE-Verfahren, das heute wieder eine gewisse Bedeutung erreicht hat. So wurde in Österreich eine Anlage errichtet, die auf diesem Weg aus Abfallgips Portlandzement und Schwefelsäure produziert [85].

Das Calciumoxid kann mit Wasser exotherm zum stark alkalischen Calciumhydroxid umgesetzt werden.

Im Schulexperiment kann man diese Thermolyse nur unbefriedigend nachvollziehen, indem man etwas Calciumsulfat im Quarzreagenzglas oder Porzellantiegel längere Zeit über dem Gasbrenner glüht. Dabei entwickelt sich kaum Gas und auch das zurückbleibende Glühprodukt reagiert bei Zugabe von Wasser nur schwach alkalisch, was darauf schließen lässt, dass eine Zersetzung des Calciumsulfats nur in geringem Maß stattgefunden hat.

Mit der AST-Technik erfolgt die Thermolyse unter starkem Glühen des Tiegelinhalts in kurzer Zeit, so dass nach dem Abkühlen ein pulvriges Produkt erhalten wird, das mit Wasser unter Wärmeentwicklung reagiert und eine stark alkalische Aufschlammung ergibt. Filtration führt zu einer klaren Lösung, die sich beim Einleiten von CO<sub>2</sub> trübt. Eine Calciumsulfat-Aufschlammung reagiert dagegen neutral (Abschnitt 8.3 Versuch 43).



## 5.5 Schulversuche zur Pyrolyse

Die Pyrolyse chemischer Verbindungen wird im Chemieunterricht in unterschiedlichen Zusammenhängen thematisiert und sollte deshalb auch im Experiment nachvollzogen werden. Beispiele aus dem Bereich der organischen Chemie sind das Cracken von Erdöl zur Gewinnung von Benzin und die thermische Zersetzung von Ethanol zur Darstellung von Ethen.

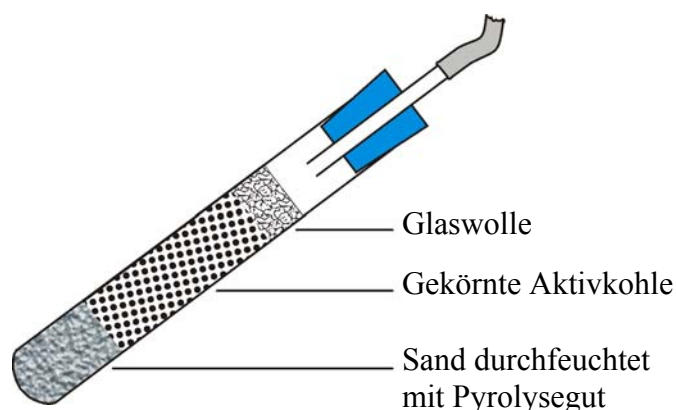
Mit zunehmender Relevanz der Themen *Umweltschutz*, *Stoffkreisläufe* und *Recycling* wurden von verschiedenen Autoren auch Experimente zur Pyrolyse von Kunststoffen und Altreifen zur Demonstration des rohstofflichen Recyclings ausgearbeitet [z. B. 86-88].

In den klassischen Versuchsvorschriften zur Pyrolyse organischer Verbindungen wird das Ausgangsmaterial meist mit einem Wärmeüberträger (z. B. Sand) vermengt und über der Flamme eines oder mehrerer Gasbrenner unter Luftausschluss erhitzt. Die Thermolyse geschieht dann meist an einem ebenfalls erhitzten Festkörper-Katalysator. Als problematisch erweist sich bei der Durchführung dieser Versuchsvorschriften eine ausreichende Wärmezufuhr für die vollständige Pyrolyse der Materialmenge, da die Wärmeübertragung nicht optimal gelingt.

Um ein im Vergleich zur klassischen Durchführung sehr viel schnelleres und gleichmäßigeres Erhitzen des Pyrolysematerials zu ermöglichen, wurde eine Pyrolysetechnik entwickelt, bei der Aktivkohle mit seiner hervorragenden Suszeptoreigenschaft im Mikrowellenofen äußerst vorteilhaft als Wärmeüberträger und Katalysator eingesetzt wird (Abschnitt 8.3 Versuche 44, 45).

Das schnelle und gleichmäßige Aufheizen der Pyrolysematerials, die hohe Temperatur und die katalytischen Eigenschaften der Aktivkohle bedingen ein Produktspektrum, das sich überraschend von dem der klassischen Pyrolyse unterscheidet. Der Vergleich führt zu interessanten Fragestellungen und didaktischen Aspekten, zum Beispiel der Abhängigkeit des Produktspektrums von Pyrolysetemperatur und Katalysator.

Zur Durchführung der Pyrolyse wird die gekörnte Aktivkohle mit dem ebenfalls gekörnten oder stark zerkleinerten Pyrolysematerial in einem Quarzreagenzglas innig gemischt. Bei der Bestrahlung im Mikrowellenofen wird so die Mischung in kurzer Zeit gleichmäßig und vollständig auf eine Temperatur  $> 1.000\text{ }^{\circ}\text{C}$  erhitzt (Versuch 44). Flüssige Substanzen können nach dieser Methode pyrolysiert werden, indem man sie im Quarzreagenzglas mit etwas Sand aufnimmt und diesen mit der gekörnten Aktivkohle überschichtet (Abbildung 60) (Versuch 45).

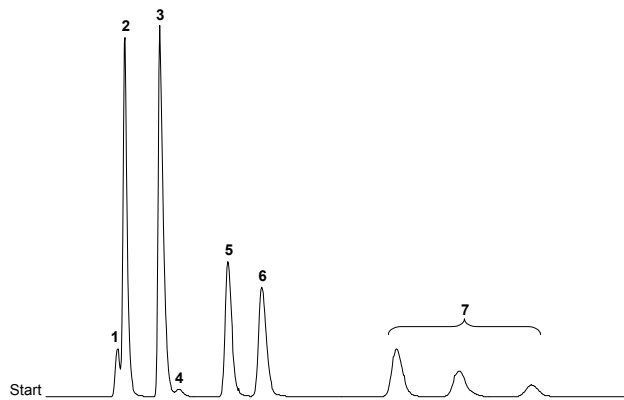


**Abbildung 60:** Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Pyrolyse

Um den Haushalts-Mikrowellenofen für Pyrolyseexperimente einsetzen zu können, muss dieser zunächst mit einer Gasableitung ausgerüstet werden, mit dem das Quarzreagenzglas im Ofeninnenraum später verbunden wird (siehe Abschnitt 5.3). Dies ist notwendig, da einerseits das Quarzreagenzglas insoweit verschlossen werden muss, dass kein Luftsauerstoff an das Pyrolysematerial gelangt, andererseits die gasförmigen Pyrolyseprodukte abgeleitet und außerhalb des Mikrowellenofens, zum Beispiel in einem Gasometer, gesammelt werden müssen. Die Kondensation dampfförmiger Pyrolysefraktionen ist kaum zu beobachten.

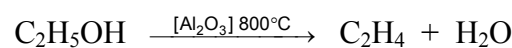
Mit dieser Experimentiertechnik können verschiedene Feststoffe, insbesondere Kunststoffe, Altreifengummi, aber auch Steinkohle (hier ohne Zugabe von Aktivkohle), thermisch zersetzt werden (Versuch 45). Dies ist nicht nur für die Schulchemie von Interesse. In einer neueren Arbeit von LUDLOW-PALAFIX und CHASE wird die mikrowellenunterstützte Pyrolyse von Kunststoffabfällen, allerdings bei wesentlich niedrigeren Temperaturen, als wir sie anwenden, untersucht [89].

Als Beispiel soll hier die Pyrolyse von Polyethylen-Granulat vorgestellt werden. Als Pyrolyseprodukt wird ein Gas aufgefangen, das mit leuchtender, wenig rußender Flamme brennt. Bromwasser und Baeyers Reagens werden von dem Gas entfärbt. Gaschromatografisch stellt sich das Pyrolysat als ein Gemisch kurzkettinger Verbindungen dar (Abbildung 61).



**Abbildung 61:** Gaschromatogramm des aufgefangenen Gases der PE-Pyrolyse  
Die Peaks können wie folgt zugeordnet werden:  
1 Kohlenstoffmonoxid, 2 Methan, 3 Ethen, 4 Ethan, 5 Propan,  
6 Propen, 7 C<sub>4</sub>-Komponenten (nicht näher bestimmt)

Eines der bekanntesten Schulexperimente zur Pyrolyse ist die katalytische Wasserabspaltung aus Ethanol zur Darstellung von Ethen. Ethanol wird unter Luftabschluss verdampft und über glühenden Perlkatalysator (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) bei ca. 800 °C geleitet. Den Schülern wird dabei der Versuchsaufbau und die Spezifität des Perlkatalysators für diese Reaktion meist vorgegeben. Das entstehende Gas wird aufgefangen und dessen Brennbarkeit demonstriert. Folgende Reaktion wird formuliert:



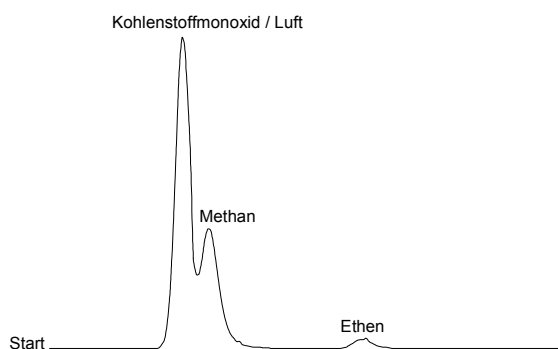
Mit Bromwasser oder Baeyers Reagens wird Ethen als Olefin nachgewiesen und kann in einem quantitativen Versuch als Hauptbestandteil des Pyrolysegases festgestellt werden. Dazu wird ein abgemessenes Gasvolumen (z. B. 100 ml) in einem Kolbenprober mit Kaliumpermanganatlösung ausgeschüttelt, bis keine weitere Volumenabnahme des Gases zu beobachten ist.

Um den Einfluss von Temperatur und Katalysator auf das Produktspektrum herauszustellen, kann man als Folgeversuch die Pyrolyse von Ethanol an glühender Aktivkohle bei 1.200 °C im Mikrowellenofen, wie oben beschrieben, durchführen. Hierbei erhält man ebenfalls ein Gas, das brennbar ist und Bromwasser sowie Baeyers Reagens entfärbt. Beim Ausschütteln mit Kaliumpermanganatlösung im Kolbenprober beobachtet man jedoch keine messbare Abnahme des Gasvolumens. Es kann also festgestellt werden, dass bei der Pyrolyse von Ethanol an Aktivkohle bei 1.200 °C zwar ebenfalls eine gasförmige ungesättigte Verbindung entsteht, hier jedoch nur als Nebenprodukt. Es ergibt sich aus dieser Beobachtung

ein Problemgrund, der im forschend-entwickelnden Unterrichtsverfahren zur weiteren Untersuchung des Pyrolysegases führt:

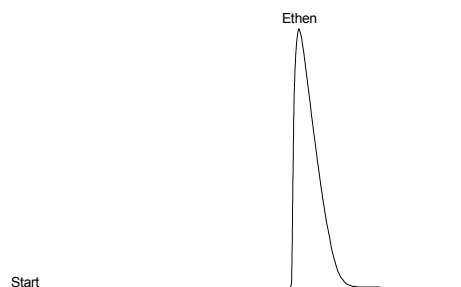
Mit ammoniakalischer Silbernitratlösung lässt sich Kohlenstoffmonoxid nachweisen, wobei im Pyrolysegas der Anteil zwischen 15-20 % schwankt. Der Nachweis von Kohlenstoffdioxid im Pyrolysegas mit Kalkwasser ist ebenfalls positiv, jedoch sind nur geringe Mengen (3-5 %) enthalten.

Auf der Basis der bisherigen Ergebnisse und der theoretisch möglichen gasförmigen Pyrolyseprodukte kann Methan als Hauptprodukt der Pyrolyse von Ethanol an Aktivkohle vermutet werden. Verfügt das Schullabor über eine einfache GC-Apparatur, wie sie zum Beispiel von WIEDERHOLT eingeführt wurde [90], kann dieses Ergebnis qualitativ und quantitativ bestätigt werden (Abbildung 62).



**Abbildung 62:** Gaschromatogramm des aufgefangenen Gases der Ethanol-Pyrolyse an Aktivkohle im Mikrowellenofen

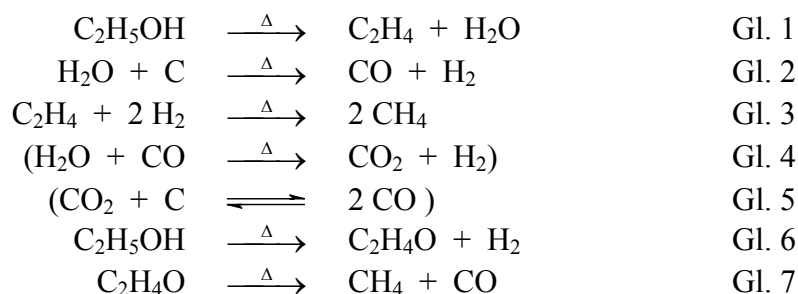
Die mikrowellenassistierte Pyrolyse von Ethanol an Aktivkohle bei 1.200 °C führt somit nicht zu dem entsprechenden Olefin und Wasser, wie dies bei der thermischen Dehydratisierung am  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Perlkatalystor der Fall ist (Abbildung 63), sondern in der Hauptreaktion zu Methan, Kohlenstoffmonoxid und Wasserstoff. Letzterer kann allerdings mit schulchemischen Mitteln nicht nachgewiesen werden. Nebenprodukte sind hier Kohlenstoffdioxid und Ethen.



**Abbildung 63:** Gaschromatogramm des Aufgefangenen Gases der Ethanol-Pyrolyse am Perlkatalysator

In älteren wie aktuellen Publikationen wird die Bildung von Methan aus Ethanol beschrieben. So hat Anfang des letzten Jahrhunderts EHRENFELD umfangreiche Untersuchungen zur Zersetzung von Ethanol an Kohlenstoff bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt [91]. Die Ergebnisse decken sich mit den von uns erhaltenen, wobei wir allerdings vereinfachend kein wasserfreies Ethanol eingesetzt haben, wodurch zusätzlich Kohlenstoffmonoxid und Wasserstoff (Wassergasreaktion) entsteht. In den letzten Jahren untersuchten LI, KAZAKOV und DRYER die Zersetzungsreaktionen des Ethanols an verschiedenen Katalysatoren sowie bei unterschiedlichen Druckbedingungen [93]. Interessant ist in diesem Zusammenhang, dass sich auch in der fachdidaktischen Literatur ein Hinweis auf diese Reaktion findet. JANSEN und Mitarbeiter beschreiben die Bildung von Kohlenstoffmonoxid bei der Pyrolyse von Ethanol an glühender Aktivkohle, wobei jedoch die weitere Zusammensetzung des Pyrolysegases nicht untersucht wurde [94].

Die erhaltenen Ergebnisse lassen die Postulierung unterschiedlicher Reaktionswege zu:



Prinzipiell sind zwei einleitende Reaktionsschritte denkbar: durch Abspaltung von Wasser aus Ethanol kann, wie erwartet, zunächst Ethen gebildet werden (Gl. 1). Das bei dieser Reaktion entstehende Wasser reagiert mit dem Kohlenstoff der Aktivkohle zu Kohlenstoffmonoxid und Wasserstoff (Wassergasreaktion, Gl. 2).

Der gebildete Wasserstoff wiederum tritt in eine zweistufige Reaktion mit dem Ethen ein, wobei zunächst eine Hydrierung, in der zweiten Stufe, im Sinne eines Hydro-Crackings Methan entsteht (Gl. 3). Die Bildung geringer Mengen  $\text{CO}_2$  kann durch Reaktion eines Anteils des Kohlenstoffmonoxids mit Wasser erklärt werden, wobei allerdings das Boudouard-Gleichgewicht nicht außer Acht gelassen werden darf (Gl. 4 und Gl. 5). Bei dieser Deutung des Reaktionsablaufs hat die Aktivkohle nicht die Funktion eines Katalysators, sondern tritt in die Reaktion ein. Vermutet werden könnte dabei noch eine andere Reaktion, nämlich die Bildung von Methan aus Kohlenstoffmonoxid und Wasserstoff. Tatsächlich konnte diese Reaktion in Blindversuchen in der Mikrowelle nicht realisiert werden.

Der Mechanismus der Methanbildung aus Ethanol könnte jedoch auch in einem anderen zweistufigen Prozess ablaufen: durch Abspaltung von Wasserstoff aus Ethanol könnte sich in einem ersten Schritt Acetaldehyd bilden (Gl. 6). Die Decarbonylierung würde dann direkt zu Methan führen (Gl. 7).

Die Pyrolyse höherer Alkohole führt zu uneinheitlichen Ergebnissen. Analoge Reaktionen an Raney-Nickel führen nach ASINGER und VOGEL ebenfalls zu gesättigten Kohlenwasserstoffen [95]. Da das Ziel die Entwicklung von Schulexperimenten war, die ohne Probleme in die Praxis werden können, wurden diese Reaktionen nicht systematisch untersucht. Die Interpretation der Daten zur Trennung und Analyse der Produkte geht in ihrer Komplexität weit über die Schulchemie hinaus.

## 6 Praktische Erfahrungen in Schülerprojekten und in der Lehrerfortbildung

Die Entwicklung neuer Themeninhalte und Experimente für den Chemieunterricht kann nur dann als erfolgreich betrachtet werden, wenn diese tatsächlich in die Schulpraxis integriert werden können. Auch wenn bei der Entwicklung fachdidaktische Erkenntnisse immer wieder bedacht und - so weit es möglich ist - beachtet werden, bietet dies allein noch keine Gewähr für eine erfolgreiche Umsetzung im Unterricht. Immer wieder zeigen Themen- und Experimentiervorschläge unerwartete Schwierigkeiten und Schwächen, wenn Lehrer oder Schüler sich mit diesen im Unterricht auseinandersetzen.

Der beste Prüfstein für neu entwickelte Schulexperimente oder Experimentier-techniken ist deshalb deren direkte Erprobung durch Schulpraktiker, also Lehrer und deren Schüler. Sie können am besten beurteilen, wie ansprechend und schul-relevant ein Unterrichtsthema erscheint und ob die entwickelten Experimente motivierend und durchführbar sind. Bei der Erprobung sollte die Situation im besten Falle so sein, dass auftretende Probleme gemeinsam gelöst werden und unmittelbar zur Weiterentwicklung der Themeninhalte und Experimente führen.

Die Zusammenarbeit mit Schulpraktikern bietet nicht nur die Möglichkeit, „Kinderkrankheiten“ der neu entwickelten Unterrichtsinhalte und Experimente zu einem frühen Zeitpunkt zu „kurieren“. Für die erfolgreiche und nachhaltige Verbreitung und Einbettung der Unterrichtsinhalte und Experimente an den Schulen sind diese Schulpraktiker als Multiplikatoren von großer Bedeutung.

Die Experimentiermöglichkeiten, welche das Ultraschall-Reinigungsbad und der Haushalts-Mikrowellenofen bieten, konnten mehrfach im Rahmen von Vorträgen anlässlich von Vortrags- und Fortbildungstagungen, Schülertagen verschiedener Universitäten, Fachkolloquien und ähnlichen Veranstaltungen vorgestellt werden.<sup>1</sup>

Die sehr positive Resonanz, insbesondere bei Schülern, die an Vorträgen teilgenommen hatten, waren der Anlass, eine Förderung der Robert Bosch Stiftung zu beantragen. Die Aufnahme in das NaT-Working Programm ermöglichte, Schülerarbeiten und Schülerprojekte zu dem Thema *Nichtklassische Energieeintragsformen* anzubieten und in einem Netzwerk Schule-Universität zu betreuen.

Wertvolle Erfahrungen und Beurteilungen konnten bei Lehrerfortbildungskursen des Lehrerfortbildungszentrums am Institut für Didaktik der Chemie der Johann Wolfgang Goethe-Universität gesammelt werden.

---

<sup>1</sup> Die einzelnen Vorträge sind am Ende der vorliegenden Arbeit aufgelistet.

## **6.1 Das NaT-Working Projekt „Chemie und Physik in der Haushaltsmikrowelle und im Ultraschallbad - Schülerinnen und Schüler experimentieren mit nichtklassischen Energieformen“**

Das Programm „*Naturwissenschaft und Technik: Schüler, Lehrer, und Wissenschaftler vernetzen sich*“ *NaT-Working* der Robert Bosch Stiftung GmbH fördert gemeinsame Aktivitäten von Naturwissenschaftlern, Lehrern und Schülern. Jugendliche sollen besser und nachhaltiger an Naturwissenschaften und Technik herangeführt werden, indem sie in direktem Kontakt mit Wissenschaftlern in authentischer Umgebung an möglichst aktuellen Forschungsaufgaben teilhaben und so eine wissenschaftliche Neugier entwickeln. Interessierten Schülern soll die Möglichkeit gegeben werden, Einblick in naturwissenschaftlich Forschungsinstitutionen zu bekommen und technische Entwicklungen wahrzunehmen.

Geförderte Aktivitäten sind zum Beispiel Laborprojekte für Schüler und Lehrer, Betreuung von Facharbeiten durch Wissenschaftler, gemeinsame Sommerschulen und Gestaltung von Unterrichtseinheiten.

Für das Thema *Nichtklassische Energieeintragsformen* wurde eine Projektkonzeption erarbeitet, die den Kriterien des Förderungsprogramms entsprach. Die Robert Bosch Stiftung gab dieser Konzeption statt und nahm das Projekt zum Herbst 2001 für eine Dauer von vier Jahren in das Förderungsprogramm auf. Obwohl diese erste Konzeption den Erfahrungen des ersten Jahres folgend verändert wurde, konnten bis dahin fünf Laborprojekte, acht Tageskurse und ein Sommerkurs für interessierte Schüler, beziehungsweise Klassen angeboten und durchgeführt werden. Außerdem wurden erfolgreich drei Facharbeiten betreut (siehe Abschnitt 6.1.3).

Im folgenden werden die Konzeption des Projekts, die Projektarbeiten und Erfahrungen des ersten Jahres und die Veränderungen der Konzeption in Hinblick auf die zukünftige Projektorganisation und Durchführung dargestellt.

### **6.1.1 Projektkonzeption**

Die erste Konzeption hatte das Ziel, zehn bis fünfzehn Projektgruppen mit Teilnehmern aus dem Raum Frankfurt aufzubauen, die sich mit unterschiedlichen Themen und Aufgabenstellungen zum Thema Ultraschall und Mikrowelle beschäftigen sollten. Es wurde hierbei besonders angestrebt, dass Schüler eigenständig Ideen entwickeln, Arbeitsthemen formulieren und in selbst entwickelten Experimenten umsetzen. Bereits beschriebene Experimente und formulierte Aufgaben-



stellungen sollten den Teilnehmern lediglich zur Orientierung und als Einstieg dienen.

Die Teilnehmerzahl pro Gruppe wurde nicht festgelegt. Auch die Bearbeitungsdauer des gewählten Themas wurde den Teilnehmern frei gestellt, wobei jedoch ein Zeitraum von mindestens drei Monaten als wünschenswert erschien. Die Projektgruppen sollten nach Möglichkeit an ihren Schulen die Experimente durchführen, die dafür benötigten Geräte, Chemikalien und Verbrauchsmaterialien vom Institut zur Verfügung gestellt bekommen und von Fachlehrern der Schule betreut werden. Das Experimentieren in den Laborräumen des Instituts und die Betreuung durch Mitarbeiter wurde für Teilnehmer vorgesehen, die ihr Projekt auf Grund des Themeninhalts, der Raum- oder Betreuungssituation nicht an ihrer Schule durchführen können. Um den Netzwerkgedanken auch innerhalb des Projekts umzusetzen, sah die Konzeption zum einen regelmäßige Treffen der Projektgruppen untereinander und mit den Projektbetreuern in den Räumen des Instituts vor, die dem Erfahrungs- und Ergebnisaustausch dienen sollten. Zum anderen wurde die Erstellung einer Projekt-Homepage im Internet geplant, auf der sich die Projektgruppen mit ihren Arbeiten vorstellen und in einem eingerichteten Diskussionsforum die Möglichkeit bekommen sollten, Fragen, Anregungen, Beiträge und Probleme zu äußern.

Diese Konzeption ließ sich nur teilweise umsetzen, da sich insbesondere die Raum- und Betreuungssituation an vielen Schulen als äußerst schwierig herausstellte. Die weiteren Schwierigkeiten bei der Umsetzung dieser Konzeption und die sich daraus ergebenden Änderungen während der Projektdurchführung werden in Abschnitt 6.1.5 diskutiert.

### **6.1.2 Projektdurchführung**

Im Vorfeld des Projekts wurden 33 Schulen im Raum Frankfurt angeschrieben, um bei Fachlehrern für dieses Projekt zu werben und sie zu einer ersten Informations- und Planungsveranstaltung in das Institut einzuladen. Diese fand im September 2001 statt. In einem Experimentalvortrag wurden die möglichen Projektinhalte vorgestellt und anschließend diskutiert. Die Teilnehmer wurden gebeten, in ihren Klassen auf das Projekt aufmerksam zu machen und interessierte Schüler zu informieren.

Mit der Betreuung des Projekts und der in den Laborräumen des Instituts arbeitenden Teilnehmer wurde im Herbst 2001 eine Technische Mitarbeiterin des Instituts beauftragt. Im Rahmen der Vorbereitung wurden mit Fördermitteln der Robert Bosch Stiftung die voraussichtlich benötigten Geräte, Chemikalien und Verbrauchsmaterialien beschafft.

Eine zweite Informations- und Planungsveranstaltung fand im November 2001 statt. Eingeladen waren die Teilnehmer der ersten Veranstaltung und deren interessierte Schüler. Im Rahmen dieser Veranstaltung wurden erste thematische und organisatorische Planungen mit den Teilnehmern abgesprochen. Weitere Planungen erfolgten später telefonisch und bei Einzelbesuchen der Projektteilnehmer.

In stärkerem Maße als durch Werbung an Schulen meldeten sich Schüler, die auf das Projekt in Vortragsveranstaltungen und durch Publikationen aufmerksam geworden waren direkt an. Zum Teil waren diese an einer Projektteilnahme als Einzelperson im Rahmen einer Facharbeit interessiert oder es handelte sich um Schülergruppen außerhalb des Frankfurter Raums. Die Konzeption wurde dieser Nachfrage entsprechend dahin gehend geändert, dass nun auch die Betreuung von Einzelarbeiten angeboten wurde. Mit Interessenten außerhalb des Frankfurter Raums wurden individuelle Treffen im Institut vereinbart, um die Organisation der Teilnahme und die Betreuung der Projektarbeit zu besprechen.

Ende November begannen die Schüler mit der Laborarbeit. An die Arbeitsgruppen, welche im Schullabor arbeiteten, wurden Mikrowellenöfen und weitere Materialien ausgegeben. Die weitere Betreuung der Laborarbeit erfolgte über deren Fachlehrer. Die Schüler der anderen Arbeitsgruppen trafen sich einmal wöchentlich im Labor des Instituts um die Projektarbeit fortzuführen. Die Betreuung wurde von den Mitarbeitern des Instituts übernommen, wobei eine Gruppe auch von ihrem Fachlehrer begleitet und betreut wurde.

Im Frühjahr 2002 trafen sich alle Projektgruppen, um ihre Arbeitsthemen gegenseitig vorzustellen, über Probleme und Erfolge zu berichten und Erfahrungen auszutauschen. Im Vordergrund stand dabei die Vorgehensweise bei der Planung der jeweiligen Experimente und der Umgang mit Problemen beim Fortgang der Arbeit. Die einzelnen Gruppen präsentierten dabei auch die Produkte ihrer bisherigen Experimente.

Bereits im Winter 2001/2002 wurde im Internet eine Homepage für das Projekt ([www.rz.uni-frankfurt.de/didachem/NaT/](http://www.rz.uni-frankfurt.de/didachem/NaT/)) eingerichtet.

### 6.1.3 Projektgruppen und Facharbeiten

Die in der Konzeption zunächst geplante Zahl von zehn bis fünfzehn Projektgruppen konnte nicht erreicht werden. Ihre Teilnahme bestätigten sechs Projektgruppen und vier Schüler im Rahmen einer Facharbeit. Es soll hier die Organisation und Durchführung der Projektgruppenarbeiten im einzelnen vorgestellt werden.

Projektgruppe/Projektthema	Organisation der Teilnahme am Projekt	Ort der Projektarbeit
Gruppe I 4 Teilnehmer "Glaserstellung und Glasfärbung"	Chemie- Arbeitsgemeinschaft	Institut
Gruppe II 3 Teilnehmer "Darstellung von Pigmenten" und „Reduktion von Metallen"	Chemie- Arbeitsgemeinschaft	Schule Frankfurt
Gruppe III 2 Teilnehmer "Glaserstellung und Glasfärbung"	Freie Teilnahme (Teilnahme an <i>Jugend forscht</i> )	Institut
Gruppe IV 3 Teilnehmer "Verhalten von Materialien im Mikrowellenofen"	Freie Teilnahme (Teilnahme an <i>Jugend experimentiert</i> )	Institut / Schule Frankfurt
Gruppe V 4 Teilnehmer "Farbpigmente und Luminophore"	Chemie- Arbeitsgemeinschaft	Schule Würzburg
Gruppe VI 5 Teilnehmer "Pyrolyse im Mikrowellenofen"	Chemie- Arbeitsgemeinschaft	Schule Büdingen
Facharbeit I "Chemie im Mikrowellenofen"	Facharbeit	Schule Bayreuth
Facharbeit II "Sonochemie im Ultraschallbad"	Facharbeit	Schule Passau
Facharbeit III "Mikrowellenchemie"	Facharbeit	Schule Bonn

## Gruppe I

Die Schüler (Jahrgangsstufe 13) wurden von ihrem Fachlehrer, der selbst Mitarbeiter des Instituts ist, auf das NaT-Working Projekt aufmerksam gemacht und für die Teilnahme gewonnen. Das gewählte Arbeitsthema *Darstellung und Färbung von Glas* mit der besonderen Problemstellung *Rotfärbung von Glas* wurde stark durch den Fachlehrer motiviert. Die Gruppe führte ihre Experimente in den Laborräumen des Instituts durch, wo sie von ihrem Fachlehrer und der beauftragten Mitarbeiterin des Instituts betreut wurden. Das Thema wurde drei Monate bearbeitet, wobei die Schüler wöchentlich zwei Stunden im Labor experimentierten. Zunächst wurden verschiedene Glasmischungen hergestellt und geschmolzen, um das Schmelz- und Gießverhalten zu beobachten und eine geeignete Glasmischung für die nachfolgend geplanten Färberversuche herauszufinden. Hier wurde auch das Umschmelzen von Flaschenglas als Recyclingverfahren experimentell nachvollzogen. In der zweiten Arbeitsphase beschäftigte sich die Gruppe mit der Färbung von Glas. Nach Literaturangaben wurden verschiedene Ionenfärbungen und Anlauffärbungen ausprobiert. Neben der Färbung von Glas wurden auch Experimente zum Entfärben mit sogenannter *Glasmacherseife* durchgeführt. Wurden bis zu diesem Zeitpunkt bereits beschriebene Versuche experimentell nachvollzogen, begann die Gruppe nun mit den Planungen zur Rotfärbung von Glas, eigene Ideen und Problemstellungen zu entwickeln. Die Schüler setzten sich zunächst intensiv mit Literaturquellen und theoretischen Grundlagen der Glaschemie auseinander, wozu sie durch den Fachlehrer stetig motiviert wurden. Insgesamt erschien die Motivation, Planung und Durchführung der Experimente stark durch den Fachlehrer gelenkt. Die Rotfärbung von Glas wurde auf verschiedenen Wegen probiert. Dabei formulierte die Gruppe jeweils genaue Detailfragen, die sich auf die entsprechenden Literaturstellen bezogen. Zunächst wurde die Rotfärbung durch Anlauffärbung mit elementarem Gold (Goldrubinglas) probiert. Dieser Weg führte jedoch trotz unterschiedlicher Ansätze nicht zu einem befriedigenden Ergebnis. Die Rotfärbung von Glas gelang den Schülern schließlich durch Zugabe einer Mischung von Kupfer(I)-oxid und Zinn(II)-oxid zur Glasschmelze und einer genauen thermischen Behandlung des Glases.

Zu den Überlegungen und Experimenten wurden von den Teilnehmern Tagesprotokolle angefertigt und die Ergebnisse in einem Bericht festgehalten, der auch auf der Projekthomepage veröffentlicht wurde. Beim Frühjahrstreffen der Projektgruppen stellte die Gruppe ihre Ergebnisse vor und berichtete über die Projektarbeit.

Nach Abschluss dieses Projektthemas setzte die Gruppe ihre Teilnahme an dem NaT-Working Projekt fort. Wiederum von dem Fachlehrer motiviert und betreut beschäftigten sich die Schüler bis zum Herbst 2002 mit der Pyrolyse von Kunststoffen und der gaschromatografischen Analyse der Pyrolyseprodukte. Zunächst wurde Polyethylengranulat im Mikrowellenofen pyrolysiert, die bei Raumtempe-

ratur gasförmigen Produkte am Gaschromatografen untersucht. Mit einer Kältefalle wurden weiterhin höhersiedende Anteile durch Kondensation abgetrennt.

## Gruppe II

Die Schüler dieser Gruppe (Jahrgangsstufe 11) wurden vom gleichen Fachlehrer der Gruppe I betreut, führten jedoch ihre Experimente zu den Themen *Darstellung von Pigmenten* und *Reduktion von Metallen* in den Chemiefachräumen ihrer Schule durch. Die Motivation der Gruppe zur Teilnahme und Themenbearbeitung erscheint auch hier durch den Fachlehrer gegeben. Die benötigten Geräte und Chemikalien wurden im Rahmen des NaT-Working Projekts zur Verfügung gestellt. Wie Gruppe I führte auch diese Gruppe zunächst bereits beschriebene Experimente zu ihren Projektthemen durch. Es wurde Thenards Blau und Rinmans Grün dargestellt und die Reduktion von Eisen(III)-oxid mit Kohlenstoff durchgeführt. Sehr intensiv beschäftigte sich die Gruppe zunächst mit der Reduktion von Eisen(III)-oxid mit Kohlenstoff, da diese nach der verwendeten Versuchsvorschrift zu einem unbefriedigenden Ergebnis führte. Die Schüler änderten in einer Versuchsreihe systematisch sowohl den Versuchsansatz als auch die zeitlichen Vorgaben und variierten Arbeitsschritte. Schließlich konnten sie diese Versuchsreihe mit befriedigendem Ergebnis abschließen. Neben käuflichem Eisen(III)-oxid wurde auch solches, das aus Dosenblech gewonnen wurde, eingesetzt. Die Ergebnisse waren hier jedoch wenig befriedigend. In Analogie zur Eisenoxidreduktion wurde von der Gruppe die Reduktion von Zinn(IV)-oxid untersucht und erfolgreich durchgeführt. Schließlich beschäftigten sich die Schüler mit der Optimierung der Versuchsvorschrift zur Darstellung von Thenards Blau. Durch Variation des Versuchsansatzes und der Glühdauer gelang es der Gruppe, das sichtbare Ergebnis der Farbigkeit des Reaktionsprodukts zu verbessern.

Mit den Mitarbeitern des Instituts kam diese Gruppe kaum in direkten Kontakt. Lediglich bei Aufnahme der Projektarbeit experimentierten die Schüler einen Nachmittag in einem Labor des Instituts, um die grundlegenden Arbeitstechniken kennen zu lernen. Über den Fortgang der Projektarbeit informierte der Fachlehrer, der auch die regelmäßigen Tagesprotokolle vorlegte. Wie bei Gruppe I erschien auch hier die Motivation, Planung und Durchführung der Experimente durch diesen gelenkt. Die ersten Ergebnisse wurden von den Schülern bei dem Treffen aller Projektgruppen im Frühjahr 2002 vorgestellt. Die Gruppe beendete ihre Teilnahme mit Abschluss der Projektarbeit im Sommer 2002. Einen Projektbericht wurde auch von dieser Gruppe auf der Projekthomepage im Internet veröffentlicht.

### Gruppe III

Die Betreuung dieser Gruppe (Jahrgangsstufen 10 und 11) entsprach nicht der Netzwerk-Konzeption Schüler-Lehrer-Hochschule, da die beiden Schüler ausschließlich von den Mitarbeitern des Instituts betreut wurden. Auf das Projekt und die vorgeschlagenen Projektthemen wurden die Schüler von ihrem Fachlehrer, der an den Informationsveranstaltungen des Instituts teilgenommen hatte, aufmerksam gemacht. Formal bestand zwar auch eine Betreuung durch den Fachlehrer der Schule, jedoch begleitete dieser die Schüler lediglich zu einem Einführungskurs, der am Institut stattfand. Das Projektthema *Glasherstellung und Glasfärbung* wurde frei gewählt und sollte im Rahmen einer *Jugend forscht* – Arbeit behandelt werden. Die Rotfärbung von Glas, auf die der Fachlehrer als besondere Problemstellung bereits hingewiesen hatte, wurde von der Gruppe als Arbeitsziel formuliert. Die Schüler experimentierten bis zum Sommer 2004 wöchentlich zweistündig in den Laborräumen des Instituts. Die Planung, Durchführung und Auswertung der Experimente wurde von der Gruppe selbst bestimmt und geschah weitgehend eigenständig. Es wurden einführend Versuche und Versuchsreihen zu unterschiedlichen Glasfärbungen durchgeführt. Die Rotfärbung von Glas wurde dann jedoch zur einzigen Problemstellung und bestimmte die weitere Versuchsplanung. Auffällig bei der Projektarbeit dieser Gruppe war die große Anzahl unterschiedlicher Versuchsansätze und Variationen. Es wurde mit teilweise exotischen Chemikalien (zum Beispiel Neodym) experimentiert. Anregungen dazu erhielten die Schüler aus der chemischen Fachliteratur oder aus dem Internet. Sehr ausgiebig wurde die Darstellung von rotem Glas durch Zugabe von Kupfer(II)-oxid und Zinn(II)-oxid als Reduktionsmittel untersucht. Angesichts der Ideenfülle dieser Gruppe hatten die Schüler insgesamt Schwierigkeiten mit der systematischen Planung, Durchführung und Protokollierung ihrer Versuchsreihen. Bei der umfangreichen Projektarbeit wurden auch Experimentiertechniken und Methoden variiert oder selbst entwickelt. Obwohl dieser Gruppe die Rotfärbung von Glas nicht befriedigend gelang, waren die Schüler äußerst motiviert und ausdauernd. Nach den Versuchsreihen zur Rotfärbung von Glas, die im Sommer 2002 beendet wurden, wandte sich die Gruppe zum Herbst 2002 Fragestellungen zur Temperaturerhöhung durch Veränderung der AST-Technik und deren allgemeine Verbesserung zu. Die erste Projektarbeit wurde vollständig protokolliert und in einem ausführlichen Bericht zusammengefasst, der auf der Projekthomepage im Internet veröffentlicht wurde.

### Gruppe IV

Die Schüler dieser Projektgruppe waren vergleichsweise jung (Jahrgangsstufe 7 und 9). Ausreichende Grundkenntnisse der Chemie konnten nicht vorausgesetzt werden, so dass ein einfaches, phänomenologisch zu behandelndes Thema vorgeschlagen wurde. Die Untersuchung der Erwärmung verschiedener Substanzen in der Mikrowelle erschien als ein solches geeignet. In den beiden ersten Monaten

experimentierte die Gruppe an insgesamt drei Nachmittagen im Labor des Instituts. Betreut wurden die Schüler dabei auch von dem Fachlehrer der Schule, der an den Informationsveranstaltungen teilgenommen und diese zur Projektteilnahme veranlasst hatte. Nach weiteren zwei Monaten, während derer die Gruppe an der Schule weiter experimentierte, wurde das Projekt abgeschlossen und die Teilnahme beendet. Für das Experimentieren im Schullabor wurden die benötigten Geräte im Rahmen der Projektteilnahme vom Institut zur Verfügung gestellt. Die Schüler untersuchten zunächst das Mikrowellenfeld im Ofen-Innenraum mit Hilfe des Thermo-Faxpapier-Experiments. Anschließend untersuchten sie die Erwärmung verschiedener Stoffe, zum Beispiel von Kork, Metall, Holz, Wachs und Eis. Zielsetzung, Planung, Verlauf und Ergebnisse der Projektarbeit wurden in einem Bericht zusammengefasst. Dieser entspricht in seiner Ausführung nicht der gewohnten und auch im Chemieunterricht zu vermittelnden Protokollform, sondern ist in allen Teilen unstrukturiert und unvollständig. Hier muss jedoch noch einmal die Jahrgangsstufe der Schüler berücksichtigt werden. Mit dem Projekt beteiligte sich die Gruppe auch an *Jugend experimentiert* und erreichte einen 3. Platz.

Im Rahmen des *NaT-Working* Projekts ist festzustellen, dass bei dieser Gruppe die Kommunikation über Fortgang und Ergebnisse der Projektarbeit mit den Mitarbeitern des Instituts in den letzten beiden Monaten der Teilnahme und danach sehr reduziert und problematisch war. Trotz häufiger Anfragen beim betreuenden Fachlehrer wurde ein Bericht in schriftlicher Form erst im Sommer 2002 vorgelegt. Über die Teilnahme und Resonanz dieser Gruppe bei *Jugend experimentiert* wurde ebenfalls erst im Sommer 2002 berichtet. Am Frühjahrstreffen der Projektgruppen nahmen die Schüler dieser Gruppe nicht teil.

#### Gruppe V

Anlässlich eines Vortrags an der Universität Würzburg informierte sich diese Schülergruppe über die Möglichkeit der Teilnahme am *NaT-Working* und besuchte im November, begleitet von drei Lehrern, das Institut. Die Schüler erhielten eine Einweisung in die Experimentiertechnik und bekamen am Nachmittag dieses Besuchstages die Möglichkeit selbst zu experimentieren. Themenvorschläge und die Organisation der Teilnahme an dem Projekt wurden besprochen und vereinbart. Benötigte Geräte und Zubehör wurden im Rahmen der Teilnahme an die Gruppe und deren betreuende Lehrer ausgeliehen. Vereinbart wurde auch der regelmäßige fernmündliche und schriftliche Austausch über Fortgang und Ergebnisse der Projektarbeit. Auf die gewünschte Teilnahme am Frühjahrstreffen der Projektgruppen im Institut wurde hingewiesen. Da nach Ablauf von zwei Monaten keine Rückmeldung über den Beginn der Projektarbeit der Projektgruppe vorlag, wurde von Seiten des Instituts der Kontaktlehrer um Stellungnahme gebeten. Dieser erläuterte die schulische Situation, so wie die derzeitige Lernbelastung der Schüler und warb um Verständnis für einen späteren Beginn des Projektes. Erst zum Winter 2002 wurde der Arbeitsbeginn eines Schülers zum Thema *Darstel-*

lung von *Luminophoren* mitgeteilt. Der Schüler möchte sich damit gleichzeitig bei *Jugend forscht* anmelden.

### Gruppe VI

Diese Situation stellt sich hier ähnlich der von Gruppe V dar. Nach einem Institutsbesuch der Gruppe mit Einweisung in die Experimentiertechnik und Vereinbarung von Projektthema und Organisation, wurde keine Rückmeldung über den Beginn der Projektarbeit gegeben. Geräte und Zubehör wurden jedoch nicht ausgeliehen, jedoch die Teilnahme am *NaT-Working* Projekt zugesagt. Ein weiterer Kontakt zu den Teilnehmern kam trotz Bemühens seitens des Instituts nicht zustande.

### Facharbeiten

Die Schülerinnen und Schüler, die bisher bei der Anfertigung ihrer Facharbeit im Rahmen des *NaT-Working* Projekts betreut wurden, kamen aus verschiedenen Bundesländern. Aus diesem Grund konnte die Konzeption des Projekts hier nur sehr eingeschränkt umgesetzt werden. Die Betreuung der Facharbeiten kam in allen Fällen durch vorhergehenden E-Mail Kontakt zustande. Dabei schrieben die Schülerinnen und Schüler das Institut, Bezug nehmend auf entsprechende Publikationen, mit der Bitte um weitere Informationen zum Thema *Mikrowelle* oder *Ultraschall* an. Mit der Teilnahme am *NaT-Working* Projekt erhielten die Schüler Versuchsvorschriften und Literatur zugeschickt und sicherten ihrerseits die Zusendung ihrer Facharbeit und das Einverständnis mit deren Veröffentlichung auf der Projekthomepage im Internet zu.

Beiderseits erfolgreich verlief lediglich die Betreuung einer Schülerin aus Bayreuth, die ihre Facharbeit zum Thema *Hochtemperaturchemie in der Mikrowelle* im Februar 2002 anfertigte. In dieser beschäftigte sie sich mit dem Nachweis der Inhomogenität des Mikrowellenfeldes, der Darstellung des Iodplasmas und der Darstellung von Gelbmessing, Thenards Blau und des Bariumsulfid-Luminophors. Dabei verwendete sie die GST-Technik. Die Durchführung und Auswertung ihrer Experimente betreffende Fragen und Probleme konnten fernmündlich, beziehungsweise per E-Mail von den Mitarbeitern des Instituts gelöst werden. Im Mai 2002 sandte sie dem Institut ihre mit gut bewertete Facharbeit in Kopie zu.

*Die beiden anderen Teilnehmer gaben keine Rückmeldung über Fortschritt, Ergebnis und Abschluss ihrer Arbeiten, nachdem sie weitere Informationen und Literatur zugesandt bekommen hatten.*

Eine weitere Facharbeit wurde zwar nicht vom Institut betreut, kam aber durch eine Publikation im Rahmen dieser Arbeit zustande [96] und führte zu einem guten Abschluss mit Publikation [97].



### 6.1.4 Diskussion und Bewertung

Die Zielsetzung der Bildung von mindestens zehn Projektgruppen, die sich kontinuierlich über einen längeren Zeitraum von mindestens drei Monaten mit einer experimentellen Fragestellung aus dem Themenfeld *Mikrowelle und Ultraschall* beschäftigen, konnte nicht erreicht werden. Die Teilnehmerzahlen in den sechs Projektgruppen blieb ebenfalls unter den Erwartungen. Dennoch konnten Schülergruppen aufgebaut werden, die sehr motiviert und erfolgreich ihre Arbeiten eigenständig planten, durchführten und präsentierten. Insgesamt erscheint der Aufbau eines langfristigen Netzwerkes nach der Projektgruppen-Konzeption als nicht umsetzbar. Dies hat hauptsächlich folgende Gründe:

Die Mehrzahl der interessierten Lehrer, die an der Informationsveranstaltung teilgenommen hatten und grundsätzlich von der Attraktivität des Projektangebots überzeugt waren, sahen dennoch von einer Teilnahme ab, weil ihnen die offene Organisationsform der Teilnahme Schwierigkeiten bereitete. Diese Lehrer konnten sich eine Projektteilnahme nur in so weit vorstellen, einzelne Aspekte des Themas in ihren Unterricht im Rahmen von Schülerversuchen aufzunehmen. Dazu wünschten sie sich jedoch methodisch ausgearbeitete Vorgaben. Die eigenständige Entwicklung von Fragestellungen und Arbeitsplänen, insbesondere innerhalb einer Projektgruppe erschien ihnen nicht durchführbar. Der Aufbau von Schülerarbeitsgruppen außerhalb des Unterrichts, beispielweise Chemie-Arbeitsgemeinschaften oder die Projektteilnahme einer Klasse im Rahmen des Wahlpflichtunterrichts wurde nicht diskutiert. Diese Haltung der Lehrer steht im Widerspruch zur Konzeption des Projekts.

Schwierigkeiten bereitete den Lehrern auch der zeitliche Aufwand der Betreuung, da die Arbeitsgruppen außerhalb der Unterrichtszeit experimentieren sollten. Nur wenige Lehrer waren grundsätzlich bereit, eine Schülergruppe regelmäßig am Nachmittag im Schullabor zu betreuen oder an die Universität zu begleiten.

Auch den meisten Schülern war eine längere Teilnahme an dem Projekt aus Zeitgründen (Stundenplanänderungen, gehäufte Klausurtermine vor den Ferien) nicht möglich. Dies hatte zur Folge, dass einzelne Teilnehmer nicht kontinuierlich an den Arbeiten ihrer Projektgruppe teilnehmen konnten, oder bereits nach wenigen Wochen ganz aufhören mussten.

### 6.1.5 Veränderte Konzeption – Schülertage und Projektwochen

Die erste Konzeption wurde dahin gehend verändert, dass der Aufbau langfristig bestehender Projektgruppen, die ein Arbeitsthema über längere Zeit intensiv bearbeiten und dabei von ihren Lehrern kontinuierlich betreut werden, aufgegeben wurde.

Ein stabiles Netzwerk *Schüler-Lehrer-Hochschule* sollte nun in erster Linie über Schülertage und Projektwochen aufgebaut werden. Dadurch können Schüler direkt angesprochen werden, Experimente sofort kennen lernen und auch selbst experimentieren.

Bis zum Sommer 2004 wurden elf Projektstage mit interessierten Klassen und Kursen und ihren Fachlehrern, durchgeführt. Die Fachlehrer möchten dieses Angebot auch zukünftig regelmäßig wahrnehmen und haben dies auch teilweise bereits getan. Die Projektstage tragen nachhaltig zur Stabilisierung des *NaT-Working*-Netzes bei. Zwei der Teilnehmer wurden durch den Projekttag von der Thematik und den Arbeitstechniken soweit motiviert, diese Thematik zum Inhalt einer Facharbeit zu machen. Die Betreuung erfolgte dabei über den Lehrer und die Mitarbeiter des Instituts.

Die erste Projektwoche mit dem Titel *Science Camp - Experimentieren im Mikrowellenofen* wurde sehr erfolgreich in Sommerferien 2002 in den Laborräumen des Instituts für Didaktik der Chemie durchgeführt. Die Schüler wurden auf die Projektwochen durch Anzeigen in den Tageszeitungen Frankfurts und des Rhein-Main-Gebiets aufmerksam gemacht und konnten sich direkt per E-Mail oder Telefon anmelden. Für diese Projektwoche meldeten sich über dreißig Schüler im Alter von zwölf bis siebzehn Jahren an. Auf Grund der Labor- und Gerätekapazität konnten jedoch nur 15 Schüler teilnehmen. Das *Science Camp* beschäftigte sich eine Woche mit vielfältigen Versuchen zur Chemie im Mikrowellenofen. Die Themen wurden an den fünf Tagen schwerpunktmäßig bearbeitet. Es wurde aber den Teilnehmern die Freiheit zum selbstbestimmten Experimentieren gegeben.

Der Ablauf im Überblick:

Montag: Nach einer Einführung, in der die Teilnehmer ihr bereits vorhandenes Wissen einbrachten, konnten die Schüler direkt mit der praktischen Tätigkeit beginnen und der Frage nachgehen: „Wie verhält sich eine CD in der Mikrowelle und was passiert, wenn man einen Metalllöffel hineinlegt?“ Die Aufgabe konnte effektiv gelöst und die Unterschiede und Hintergründe in einer angeregten Diskussion aufgeklärt werden.

Danach begaben sich die Schüler mit angefeuchtetem Haushaltspapier und Thermofaxpapier auf die Suche nach den *hot-spots* – besonders heißer Stellen – „ihrer“ Mikrowellenöfen.

Der erste Projekttag hatte zudem den Schwerpunkt, den Teilnehmern Einblicke in Fragestellungen der chemischen Forschung und Verfahrenstechnik zu geben. Auch die Bedeutung des Literaturstudiums im Gang der Forschungsarbeit sollte dargestellt werden – mit verblüffendem Erfolg: Schon am ersten Tag informierten sich die Schüler ohne Aufforderung selbständig über die Themen der bevorstehenden Projektstage und sichteten dazu Literatur in der Fachbibliothek der Universität.

Dienstag: „Herstellung und Färbung von Glas“: Unzählige Glasperlen in verschiedenen Farben wurden erzeugt und am Abend begeistert zu Hause präsentiert. Bisher war es in den verschiedenen Gruppen des Projektes noch nicht gelungen, rotes Glas mit einer zufriedenstellenden Färbung zu erhalten. Unterschiedliche Vorschläge der Teilnehmer zu diesem Thema wurden aufgenommen und eifrig umgesetzt - leider ohne Erfolg.

Mittwoch: „Recycling von Flaschenglas“: Zuerst stellten die Teilnehmer aus Altglas ein Glas-Granulat her, das anschließend eingeschmolzen werden konnte. Doch im Gegensatz zu den selbst hergestellten Boratgläsern des Vortags war das eingeschmolzene Glas nicht gießfähig, konnte jedoch zu Glasfäden gezogen werden. Diese Tatsache nutzten die jungen Forscher gleich zu einem eigenständigen Experiment. „Wie lange kann man einen Glasfaden ausziehen, ohne dass er bricht?“ Nach gemeinschaftlicher Anstrengung erreichte das Endprodukt eine Länge von über 10 Metern. Anschließend versuchten die Schüler, das Altglas in einen wertvollen Rohstoff zu verwandeln, der die Eigenschaften neuen Glases besitzt. Dabei griffen sie auf ihre bisherigen Erfahrungen zurück, entwickelten neue Ideen und setzten sie mit ungebrochenem Elan um.

Donnerstag: „Herstellen von Metallen und Legierungen“: Kupfer wurde aus Kupferoxid unter Verwendung von Aktivkohle als Reduktionsmittel hergestellt. Das entstehende Metall lässt sich mit dem Hammer schmieden und in Form bringen. Der analoge Versuch zur Darstellung von Eisen gelang zunächst weniger gut. Doch die Schüler variierten die Parameter so lange, bis das optimale Verfahren gefunden war und ein bohnen großes Stück Eisen vor ihnen lag. Danach erzeugten sie Glockenbronze und Gelbmessing und polierten sie anschließend. Zwei Schüler wandten sich einer anderen Aufgabe zu: sie hatten erfahren, dass es bisher nicht gelungen war, Kupfermünzen in der Mikrowelle zu schmelzen. Sie machten dies zu ihrem neuen Forschungsziel, das sie durch Geschick und eine sinnvolle Erweiterung der bisher genutzten Schmelzvorrichtung auch erreichten, indem sie die Isolation der Mörtelform durch eine zusätzliche Ummantelung mit Gasbetonstein verstärkten.

Freitag: „Pigmente“: Rinnmanns-Grün und Thenards -Blau wurden problemlos in der Mikrowelle hergestellt. Doch mit der reinen Darstellung wollten sich die Teilnehmer am Abschlusstag natürlich nicht zufrieden geben: Sie überzogen Münzen mit einer bunten Pigmentschicht, stellten Gussformen her und füllten sie aus oder gossen bunte Glasperlen – und waren traurig, dass das *Science Camp* schon zu Ende war.

## 6.2 Chemie im Ultraschallbad und dem Haushalts-Mikrowellenofen als Themen der Lehrerfortbildung

Der erste Weg, neue Unterrichtsthemen und Schulexperimente in den Chemieunterricht zu bringen, ist deren Publikation in fachdidaktischen Zeitschriften die sich an der Schulpraxis orientierten. Wie sich jedoch gezeigt hat, werden diese vom überwiegenden Teil der Lehrer nur bedingt verfolgt [98].

Untersuchungen von MELLE und NEU [98] zeigen, dass Chemielehrer, die an Fortbildungsveranstaltungen teilnehmen, vor allem neue Experimente und Unterrichtskonzepte erwarten. Diese werden von den Lehrern als positive Impulse für die eigene Arbeit empfunden. Als Konsequenz fordern MELLE und NEU ein Angebot attraktiver Fortbildungsveranstaltungen, in denen neue Experimente und Themen einen breiten Raum einnehmen.

Das Thema der vorliegenden Arbeit entspricht hervorragend dieser Forderung und wurde im Rahmen eintägiger Fortbildungsveranstaltungen, die im Lehrerfortbildungszentrum Chemie am Institut für Didaktik der Chemie der Universität Frankfurt stattfanden, den Lehrern vorgestellt.

Die Fortbildungsveranstaltungen zu den Themen *Chemie mit Mikrowelle und Ultraschall* und *Hochtemperaturchemie in der Haushaltsmikrowelle* bestanden aus einem theoretischen und einem praktischen Teil. Im Theorieteil wurden den Lehrern zunächst die fachlichen Grundlagen des Themas vorgetragen. Inhalt des theoretischen Teils war auch die Vorstellung der entwickelten Schulexperimente und deren didaktische und methodische Konzeption. Der anschließende praktische Teil der Fortbildungsveranstaltung gab den Lehrern Gelegenheit, die vorgestellten Schulversuche selbst auszuprobieren und erste praktische Erfahrungen zu sammeln. Die Lehrer wurden dabei von den Mitarbeitern des Instituts betreut. In einer abschließenden Diskussion wurden die Erfahrungen zwischen den Teilnehmern ausgetauscht und kritisch diskutiert.

Die Fortbildungsveranstaltungen des Lehrerfortbildungszentrums werden wissenschaftlich begleitet und evaluiert. Dazu werden die Teilnehmer jeder Fortbildungsveranstaltung gebeten, einen standardisierten Evaluationsbogen auszufüllen. Eine statistisch gesicherte Evaluation der in der vorliegenden Arbeit beschriebe-

nen Fortbildungsveranstaltungen kann zu diesem Zeitpunkt noch nicht gegeben werden. Einige ausgewählte Stellungnahmen der Lehrer zu den offenen Aussagen des Evaluationsbogens sollen an dieser Stelle dennoch zitiert werden.

Zur offenen Aussage

„An dieser Fortbildung hat mir besonders gut gefallen“:

- Neue Ideen.
- Neue Aspekte für den Experimentalunterricht.
- Es wurden neue Anregungen gegeben, auch um selbst weiter Versuche zu entwickeln.
- Neue Experimente.
- Effektvolle Versuche.
- Interessante Experimente.
- Experimente sind erfolgreich.
- Das Material für die Experimente ist an Schulen i.d.R. vorhanden.
- Mit einfachen Mitteln sind befriedigende Erfolge möglich (experimentell).
- Durchführbare Versuche, deren Zeitaufwand im Rahmen der Möglichkeiten des Schulalltags liegen.
- Die Experimente sind auch in der Schule durchführbar; Schüler können damit hoffentlich wieder etwas motiviert werden.
- Möglichkeit zu selbstständigem Experimentieren.
- Die vorgestellten Experimente können für verschiedene Jahrgangsstufen eingesetzt werden.
- Es wurden anwendbare Schulversuche demonstriert, die keinen übermäßigen Aufwand benötigen.
- Diese Veranstaltung bringt wieder einen zusätzlichen Motivationsschub für den Chemieunterricht.

„Welche Themen sind für Sie bzw. Ihre Schulform von besonderem Interesse?“

- Das hier!

Diese Aussagen der Lehrer zeigen sehr deutlich, dass das Thema der vorliegenden Arbeit und die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Schulversuche sehr gut für die Schulpraxis geeignet sind und als innovativ von den Schulpraktikern angenommen und begrüßt werden.

### 6.3 Zusammenfassung und Ausblick

Das Projekt verlief in einer veränderten Konzeption (siehe Abschnitt 6.1.5) sehr erfolgreich und bot Schülern und Lehrern hervorragende Möglichkeiten, Experimente in Gruppen und Klassenverbänden an der Universität, aber auch an den Schulen durchzuführen. Es gelang, ein stabiles Netzwerk zwischen Lehrern, Schülern und der Universität aufzubauen. Lehrer aus dem Großraum Frankfurt buchten regelmäßig mit ihren Klassen, beziehungsweise Kursen Projektstage am Institut. Für das *Science Camp* meldeten sich auch im letzten Jahr der Förderung wieder begeisterte Schüler an, die schon in den vorhergehenden Jahren teilgenommen hatten. Sehr erfreulich war die hervorragende Motivation der Schüler und Lehrer nach der Teilnahme an den unterschiedlichen Angeboten. Sie planten in den Schulen eigenständig Experimente zum Thema *Mikrowelle und Ultraschall* und führten erfolgreich eigene Projekte durch, oder nahmen an Wettbewerben teil. Die angebotenen Projektstage, Projektwochen und Lehrerfortbildungen führten in hervorragender Weise zu dem angestrebten Ziel, Kontakte zwischen Universität und Schule zu aufzubauen und zu erhalten.

Die Experimentierangebote fanden bei Schülern aller Jahrgangsstufen sehr positive Resonanz. Rückmeldungen bekam die Initiative immer wieder durch E-Mail-Schreiben und Briefe der Teilnehmer. Nicht nur die Teilnehmer selbst bestätigten den Erfolg der Initiative, sondern auch mehrere Pressemitteilungen und Rundfunkbeiträge.

Die veränderte Konzeption mit einem stärkeren Angebot an Projekttagen und Projektwochen hat sich als ausbaufähig erwiesen. Um das aufgebaute Netzwerk zu erhalten und zu stärken ist es unbedingt notwendig, das Angebot konstant weiter zu führen und auszubauen.

Es hat sich gezeigt, dass sich die Teilnehmer an der Initiative *Mikrowelle und Ultraschall* auch stark für die weiteren *NaT-Working* Projekte an der Universität Frankfurt interessieren und diese gerne in einem aufeinander abgestimmten Rahmen gemeinsam nutzen möchten. Immer wieder wird von Lehrern ein „großer Projekttag“ für Klassen und Kurse angefragt, an dem die Schüler die unterschiedlichen *NaT-Working* Angebote der Universität Frankfurt nutzen können.

Es erscheint deshalb sinnvoll die *NaT-Working* Angebote der Universität Frankfurt zusammenzuführen und zu bündeln.

## 7 Experimenteller Teil

### 7.1 Allgemeine Angaben zu den verwendeten Geräten

#### 7.1.1 Ultraschallgeräte

Es standen zwei Geräte der Firma BANDELIN electronic zur Verfügung:

SONOREX RK 102 H	Arbeitsfrequenz: 35 kHz (fest) Leistung: max. 2 x 240 Watt/Periode Inhalt: 3 Liter
------------------	------------------------------------------------------------------------------------------

Pipettenreinigungsgerät SONREX PR 140 B	Arbeitsfrequenz: 35 kHz (fest) Leistung: max. 2 x 450 Watt/Periode Inhalt: 10 Liter
--------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------------------------------

Für die bequeme Durchführung der Versuche wird das USB auf eine geeignete Laborhebebühne gestellt. Nach Betriebsanleitung wird die Wanne mit destilliertem Wasser gefüllt. In das Wasser hängt man das jeweilige Materialstück oder Reaktionsgefäß und befestigt es mit Klammer und Muffe an einem Stativ. Als Reaktionsgefäße eignen sich Erlenmeyerkolben am besten, da die Schallübertragung durch den flachen Glasboden relativ gering behindert wird.

Mit Hilfe der Hebebühne kann die Eintauchtiefe so geregelt werden, dass die Resonanz des Ultraschallfeldes im Reaktionsmedium optimal eingestellt werden kann (siehe Abschnitt 4.1.1 Abbildung 28 ). Es hat sich gezeigt, dass dies der Fall ist, wenn die Oberfläche der Flüssigkeit im Reaktionsgefäß knapp unterhalb der Wasseroberfläche der Wannenfällung liegt.

Resonanz ist dann eingestellt, wenn ein summend-kirrendes Geräusch, welches durch Kavitation verursacht wird, zu hören ist und in der Flüssigkeit kleine Gasbläschen schweben. Resonanz führt auch zu stehenden Wellen, die an der Flüssigkeitsoberfläche zu beobachten sind.

Während des Betriebes heizt sich das Wasser in der Wanne langsam auf. Dies wirkt sich jedoch effektiv ungünstig auf die Kavitationsbedingungen aus. Die besten Versuchsergebnisse erhält man deshalb, wenn man die Temperatur des Wassers im Ultraschallbad durch Zugabe von Eis niedrig hält.

## 7.2 Herstellen des AST-Elements

### Geräte und Materialien:

Ofenmörtel, Quarzsand, Tonblumentopf (100 ml), Porzellantiegel (20 ml, mittelhohe Form), Porzellantiegel (40 ml, mittel hohe Form), Hammer, Haushaltsfolie (Klarsichtfolie), Spatel, Trockenschrank

### Durchführung:

Der Ofenmörtel wird mit Sand im Verhältnis 1:1 gemischt. Für ein AST-Element benötigt man etwa 70 g Mörtel und 70 g Sand. Zu diesem Gemenge wird so viel Wasser zugegeben, dass eine sehr zähflüssige entsteht. Die Mörtelmasse wird in den Tonblumentopf gefüllt. In die Mörtelmasse wird der größere Tiegel (40 mL) tief hineingedrückt. Zuvor wird die Außenfläche des Tiegels mit Frischhaltefolie überzogen, so dass er, nachdem der Zement getrocknet und gehärtet ist, leicht wieder entfernt werden kann. Überschüssigen Mörtel entfernen. In die so hergestellte Zementform wird nun etwas gekörnte Aktivkohle gefüllt und darauf der eigentliche Schmelztiegel aus Porzellan (20 ml) gestellt. Der seitliche Freiraum zwischen Tiegel und Form wird ebenfalls mit gekörnter Aktivkohle aufgefüllt (siehe Abschnitt 5.1.2, Abbildung 47).

Zur Durchführung von Versuchen wird das *AST*-Element auf einen Gasbetonstein in den Mikrowellenofen ohne Drehteller in einen Bereich hoher Strahlungsintensität gestellt.



### 7.3 Herstellen des GST-Elements

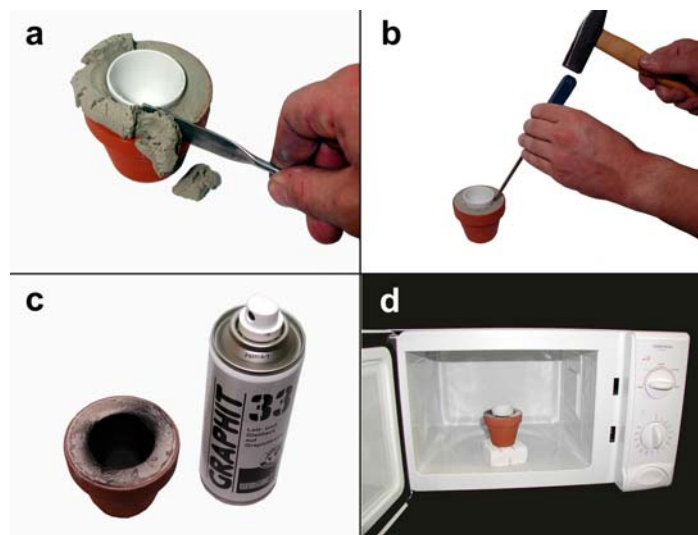
#### Geräte und Materialien:

Ofenmörtel, Tonblumentopf (100 ml), Porzellantiegel (20 ml, mittelhohe Form), Hammer, Schraubenzieher, (evtl. Einmalhandschuh oder Frischhaltefolie), Spatel, Trockenschrank, Graphitspray

#### Durchführung:

Der Mörtel wird nach Anweisung des Herstellers mit Wasser zu einer pastösen Masse angerührt und in den Tontopf gefüllt. In den Mörtel wird der Porzellantiegel tief eingedrückt, überschüssiges Material bis zur Oberkante des Tontopfs mit dem Spatel glatt abgezogen (Abbildung 64 a). Den Mörtel lässt man abbinden und trocknen (im Trockenschrank bei ca. 80 °C über Nacht). Zum Entfernen des Porzellantiegels aus der Form wird der Schraubenzieher an verschiedenen Positionen der Randlinie zwischen Tiegel und Mörtel angesetzt und mit dem Hammer leicht eingeschlagen (Abbildung 64 b). Der Tiegel lässt sich danach leicht aus der Form lösen. Auf diesen Arbeitsschritt kann verzichtet werden, wenn man den Tiegel vor dem Eindrücken in die Mörtelmasse in den Finger eines Einmalhandschuhs oder in Frischhaltefolie verpackt. Es ist dabei darauf zu achten, dass keine Falten entstehen. Ist der Mörtel völlig getrocknet, wird die Mörteloberfläche der Tiegelhohlung mehrmals mit Graphit besprüht (Abbildung 64 c).

Zur Durchführung von Versuchen wird das GST-Element auf einen Gasbetonstein in den Mikrowellenofen ohne Drehteller in einen Bereich hoher Strahlungsintensität gestellt (Abbildung 64 d).



**Abbildung 64:** Arbeitsschritte der Herstellung eines GST-Elements

## 7.4 Experimentiervorschriften

### Versuch 1

#### Reinigungswirkung eines Ultraschallbades

**Versuchsdauer:**

Vorbereitung: *Präparieren der Tonscherben* : ca. 5 Minuten

Durchführung: *Behandlung der Tonscherben im USB*: ca. 20 Minuten

**Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad.

**Chemikalien:**

Zwei gleich große Tonscherben eines unglasierten Blumentopfes, Kohlestaub (Aktivkohle), Fett (oder besser Vaseline), Spülmittel.

**Durchführung:**

Die Tonscherben werden zunächst gleichmäßig und dünn mit einer Paste aus Kohlestaub und Fett eingerieben. Eine Tonscherbe wird nun für zehn Minuten in dem mit destilliertem Wasser gefüllten Ultraschallbad behandelt. Danach legt man die Tonscherbe zum späteren Vergleich zur Seite. Dem Wasser im Ultraschallbad wird nun etwas Spülmittel zugesetzt und die zweite Tonscherbe ebenfalls zehn Minuten beschallt. Es ist darauf zu achten, dass die zweite Tonscherbe während der Ultraschallbehandlung etwa die gleiche Position in der Wanne einnimmt wie zuvor die erste. Anschließend wird der Reinigungsgrad beider Scherben miteinander verglichen.

**Hinweis:**

Die Temperatur im Wasserbad braucht hier nicht niedrig gehalten werden. Im Gegenteil verkürzt die erwärmte Flüssigkeit die Reinigung.

Es dürfen keine aggressiven Haushaltsreinigungsmittel auf Chlor-Basis verwendet werden, da die Abspaltung von Chlor die Edelstahlwanne durch Lochfraß zerstört.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Die Tonscherbe, die in dem mit Spülmittel versetzten Wasser mit Ultraschall behandelt wurde, weist den höheren Reinigungsgrad auf. Das Kohlestaub-Fett-Gemisch bei der mit Ultraschall behandelten Scherbe ohne Spülmittelzusatz hat sich zwar großflächig abgelöst, haftet aber nun in Form von kleinen „Fettaugen“ stellenweise noch an der Tonscherbe (siehe Abschnitt 4.1.2, Abbildung 29).

Schmutz besteht vielfach aus hydrophoben Ablagerungen (z.B. Fett). Ultraschall bewirkt zwar an der Materialoberfläche eines verschmutzten Gegenstandes das

Absprengen von Schmutzpartikeln durch Kavitation, aber nicht die Verteilung des Schmutzes in der Flüssigkeit. Dieser wird vielmehr immer wieder auf der Oberfläche adsorbiert. Eine Reinigung gelingt erst, wenn durch Tensidzusatz die Schmutzpartikel im Wasser suspendiert werden können. Die Suspendierung wiederum wird durch Ultraschall gefördert. Vorteilhaft ist der Reinigungsvorgang, da die Materialoberflächen nicht durch mechanische Einwirkungen zerkratzt und auch schwer zugängliche Stellen erreicht werden. Zusätzlich wirkt die Behandlung mit Ultraschall keimtötend.

## **Versuch 2**

### **Oberflächenerosion von Aluminiumfolie durch Ultraschall**

**Versuchsdauer:**

ca. 2 Minuten

**Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, Pinzette.

**Chemikalien:**

Aluminium-Haushaltsfolie (Stärke: 13  $\mu$ ).

**Durchführung:**

Ein glatter Streifen Aluminiumfolie (ca. 5 cm x 8 cm) wird bei eingeschaltetem Gerät für etwa eine Minute mit der Pinzette in das Wasser senkrecht zum Wannenboden in einen Bereich hoher Resonanz gehalten. Die Position der Folie sollte während des Versuchs öfter geändert werden. Der Aluminiumstreifen kann zur besseren Ergebnisdarstellung auf einen Overhead-Projektor gelegt und projiziert werden.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Der Folienstreifen zeigt starken Materialabtrag. Löcher in der Folie und zerfressene Kanten sind (in der Projektion besonders deutlich) erkennbar (siehe Abschnitt 4.1.3, Abbildung 30).

Die bei der unsymmetrischen Dampfblasenkavitation an der Phasengrenze Metalloberfläche/Wasser auftretenden Microjets verursachen zum einen Schockwellen, welche die Oberfläche der Metallfolie erodieren, und zum anderen lokale Überhitzungszonen genau an der Phasengrenze, welche die dünne Folie aufzuschmelzen vermögen. So kommt es zunächst zu einem mikroskopischen Lochfraß, der im Verlaufe von Sekunden sichtbar wird.

Dieser Versuch wird zur Funktionsprüfung bei Ultraschallbädern durchgeführt [31].

### **Versuch 3**

## **Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion - Modellversuch zur Homogenisation von Milch**

#### **Versuchsdauer:**

ca. 25 Minuten

#### **Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, 2 Erlenmeyerkolben (100 ml) mit Stopfen, Stativmaterial, Hebebühne, Magnetrührer, Rührfisch, Scheidetrichter (100 ml), Meßzylinder, Meßpipette (1 ml).

#### **Chemikalien:**

Speiseöl, Wasser.

#### **Durchführung:**

Zunächst wird der USB-Standardaufbau (siehe Abbildung 28) zusammengestellt. In zwei Erlenmeyerkolben werden dann je 30 ml Wasser und 8-10 Tropfen Speiseöl gegeben. Beide Ansätze werden mit Stopfen verschlossen und eine halbe Minute gleichmäßig kräftig geschüttelt. Anschließend wird einer der beiden Ansätze zügig mit dem Rührfisch versehen, auf den Magnetrührer gestellt und 15 Minuten lang kräftig gerührt. Der andere Kolben wird, möglichst zeitgleich, in das eingeschaltete Ultraschallbad gehängt und ebenfalls 15 Minuten beschallt. Danach wird der beschallte Kolbeninhalt in den Scheidetrichter überführt, die untere milchige Phase zurück in den Erlenmeyerkolben abgelassen und dieser verschlossen. Geschüttelter und beschallter Ansatz werden miteinander verglichen.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Sowohl durch das Schütteln der beiden Kolben als auch durch anschließendes Rühren auf dem Magnetrührer erhält man eine instabile Emulsion, die sich bald – beim gerührten Ansatz nach wenigen Stunden - wieder trennt. Nur geringe Mengen Öl-in-Wasser-Emulsion verbleiben als Zwischenphase. Zu Beginn der Beschallung beobachtet man einerseits eine teilweise Entmischung der Phasen, andererseits die Bildung einer milchigen Emulsion als untere Phase. Diese ist nach dem Abtrennen im Scheidetrichter über Monate stabil (siehe Abschnitt 4.1.4, Abbildung 31). Schütteln des Öl-in-Wasser-Gemisches führt lediglich zu einer grobdispersen Emulsion mit uneinheitlicher disperser Phase. Diese ist instabil und es kommt bald wieder zur Phasentrennung. Wird diese polydisperse Emulsion weiter mit Ultraschall behandelt, werden die grob dispergierten Öltröpfchen je nach Größe entweder durch Kavitation weiter in feinere Tröpfchen zerteilt oder durch den Wechseldruck des Schallfeldes zu größeren Tropfen aggregiert. Die Zerteilung führt zu einer fein- bis kolloid-dispersen, zeitlich sehr stabilen Emulsion.

## Versuch 4

### Dispergieren von Hexan in Wasser

**Versuchsdauer:**

ca. 15 Minuten

**Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, 2 Reagenzgläser mit Stopfen, Stativmaterial, Hebebühne, 2 Messpipetten (5 ml), Reagenzglasständer, Dia-Projektor.

**Chemikalien:**

Cyclohexan (F, leichtentzündlich), Wasser.

**Durchführung:**

Zunächst wird der USB-Standardaufbau (siehe Abbildung 28) zusammengestellt. In zwei Reagenzgläser werden dann je 3 ml Wasser und 3 ml Cyclohexan gegeben. Beide Ansätze werden mit Stopfen verschlossen und eine halbe Minute gleichmäßig kräftig geschüttelt. Anschließend wird einer der beiden Ansätze zügig in das eingeschaltete Ultraschallbad gehängt und ca. 5 Minuten beschallt, während der andere weiter geschüttelt wird. Danach stellt man beide in den Reagenzglasständer und vergleicht wiederholt in Zeitabständen beide Ansätze miteinander, wobei man mit dem Dia-Projektor seitlich Licht einstrahlt.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Cyclohexan (bildet die Oberphase) und Wasser sind nicht ineinander mischbar. Sobald man das Schütteln unterbricht, trennen sich beide Flüssigkeiten innerhalb weniger Sekunden in eine jeweils klare Ober- und Unterphase. Im beschallten Hexan-Wasser-System bildet sich beim Stehen zwar nach einigen Stunden eine deutliche Oberphase. Es findet aber keine vollständige Entmischung statt. Vielmehr erhält man als untere Phase eine stabile trübe Emulsion, die einen starken TYNDALL-Effekt zeigt (siehe Abschnitt 4.1.4, Abbildung 32).

Hexan als unpolare Flüssigkeit löst sich nicht in Wasser und mischt sich auch nicht mit diesem. Durch Ultraschall lässt sich aber etwas Hexan dennoch in Wasser dispergieren. Die durch Ultraschall verursachte Kavitation, die besonders an der Phasengrenze beider Flüssigkeiten auftritt, führt dort zu einer intensiven Vermischung beider Phasen. Dabei wird Hexan so fein in der Wasserphase verteilt, dass eine stabile Hexan-in-Wasser-Emulsion entsteht.

Die kolloidale Verteilung von Hexan in Wasser kann mit dem TYNDALL-Effekt deutlich gezeigt werden. Der nach seinem Entdecker, dem irischen Physiker J. TYNDALL (1820–1893), benannte Effekt beruht auf der Streuung von in kolloidale Lösungen eingestrahlttem Licht.

## **Versuch 5**

### **Entgasen von Mineralwasser**

#### **Versuchsdauer:**

ca. 5 Minuten

#### **Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, gut gereinigter (besser neuer) Standzylinder (500 ml), Stativmaterial, Hebebühne.

#### **Chemikalien:**

Mineralwasser mit Kohlensäure.

#### **Durchführung:**

Zunächst wird der USB-Standardaufbau (siehe Abbildung 28) zusammengestellt. Der sauber gespülte Standzylinder wird zu 2/3 mit dem Mineralwasser gefüllt und in das USB gehängt. Man schaltet den Ultraschall für einige Sekunden an, dann wieder ab. Das An- und Abschalten sollte einige Male im Abstand einer halben Minute wiederholt werden.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Nach Befüllen des Zylinders ist eine mäßige Gasabscheidung im Mineralwasser und an den Innenwänden des Gefäßes zu beobachten. Beschallung des Mineralwassers führt zu einer stark erhöhten Gasbildung. Setzt man die Beschallung aus, geht die Gasentwicklung wieder zurück. Der Effekt kann sehr oft durch Ein- und Ausschalten wiederholt werden (siehe Abschnitt 4.1.5, Abbildung 33).

Die Löslichkeit von Gasen in Flüssigkeiten ist bekanntlich von der Temperatur der Flüssigkeit und dem auf ihr lastenden Druck abhängig. Mit steigender Temperatur und fallendem Druck nimmt die Löslichkeit des Gases in der Flüssigkeit ab; es kommt zur Abscheidung von Gasbläschen.

Durch Ultraschall-Wechseldruck und durch die bei der Kavitation auftretenden Schockwellen (Microjets) kommt es in Flüssigkeiten zu raum- und zeitperiodischen hydrostatischen Unterdruckräumen und mikrolokalen Überhitzungszonen.

In gasgesättigten Lösungen, wie hier beim kohlenensäurehaltigen Mineralwasser, kommt es deshalb bei der Beschallung im USB in den beschriebenen Expansionsarealen mit relativem Unterdruck zur Abscheidung großer Volumina Kohlenstoffdioxids.

#### **Hinweis:**

In einem weiteren Versuch kann man frisches, kaltes Wasser aus einem Wasserhahn mit Perlsieb in die Wanne des Ultraschallbades füllen und dieses dann einschalten. Auch hier ist die Entgasung sehr gut zu beobachten.

## Versuch 6

### Thixotropie von Gelatine-Gel

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: *Herstellung der hochviskosen Gelatinelösung*: 60 Minuten

Durchführung: 5 - 10 Minuten

#### Geräte:

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, Reagenzglas, Becherglas (50 ml), Glasstab, Heizplatte, Kühlschrank.

#### Chemikalien:

Gelatine, dest. Wasser, Eis.

#### Durchführung:

Zu ca. 10 ml dest. Wasser gibt man im Becherglas einen Spatel Gelatinepulver und lässt es ca. 10 Minuten quellen. Danach erwärmt man die Mischung auf der Heizplatte und rührt dabei stetig mit dem Glasstab, bis sich die Gelatine vollständig gelöst hat und eine klare Flüssigkeit vorliegt. Die Lösung darf aber nicht sieden! Die Lösung wird in ein Reagenzglas gefüllt und in den Kühlschrank gestellt, bis eine nicht mehr gießfähige, feste Masse im Reagenzglas vorliegt.

Der USB-Standardaufbau wird zusammengestellt und das Wasser im Ultraschallbad mit Eis vorgekühlt. Nun wird das Reagenzglas mit der erstarrten Gelatinelösung in das Wasserbad gehängt und das USB eingeschaltet. Mit Hilfe der Hebebühne wird die Resonanz eingestellt. Der Zustand des Gelatine-Gels wird beobachtet.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Das zunächst feste Gel im Reagenzglas beginnt sich während der Beschallung im USB langsam zu verflüssigen. Dabei ist eine rapide Abnahme der Viskosität an der Phasengrenze Gel / Reagenzglasinnenwand zu beobachten. Nach ca. 10 Minuten der Behandlung im USB hat sich die Gallerte vollständig verflüssigt. Es liegt eine gießfähige Flüssigkeit vor.

Die wässrige Gelatinelösung erstarrt zunächst bei Kühlung zu einem festen Gel. Die langen Polypeptidketten verschlingen sich dabei ineinander zu einem ungeordneten Knäuel und lagern Wasser „wie ein Schwamm“ ein.

Ultraschall zerstört durch seine mechanische Wirkung dieses Geflecht aus Polypeptiden. Die Makromoleküle werden wieder frei beweglich, die Viskosität nimmt stark ab.



## **Versuch 7**

### **Beschleunigung der Diffusion eines Farbstoffes durch eine permeable Membran**

#### **Versuchsdauer:**

Vorbereitung: ca. 10 Minuten

Durchführung: ca. 5 Minuten

#### **Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, 2 U-Rohre mit Glasfritte.

#### **Chemikalien:**

Wässrige Farbstofflösung (z.B. Spatelspitze Patentblau in 100 ml Wasser gelöst), destilliertes Wasser.

#### **Durchführung:**

Der USB-Standardaufbau wird zusammengestellt. Das eine U-Rohr wird am Stativ so befestigt, dass es bis über Membranhöhe in das Wasserbad eintaucht. Das andere U-Rohr wird zum späteren Vergleich an einem zweiten Stativ angebracht. Zuerst wird der eine Schenkel des jeweiligen U-Rohres mit destilliertem Wasser, danach der andere mit der Farbstofflösung gefüllt. Die Füllhöhe muss in allen Schenkeln gleich sein. Nun wird das USB eingeschaltet und der Flüssigkeitsbereich um die Membran im U-Rohr beobachtet (ca. 5 Minuten). Man achte auf Resonanz.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

An der Membranfläche des mit destilliertem Wasser gefüllten Schenkels ist bei Beschallung im USB bereits nach 5 Sekunden die Bildung von blauen Schlieren zu beobachten. Diese nimmt zu, so dass nach einigen Minuten der blaue Farbstoff im gesamten Schenkel mit destilliertem Wasser verteilt ist. Im unbeschallten U-Rohr bleibt der Ansatz in dieser Zeit nahezu unverändert. Es zeigt sich hier nur ein geringer Farbstoffübertritt in den Schenkel mit destilliertem Wasser.

Im beschallten U-Rohr tritt der Farbstoff schneller durch die Membran in den anderen Schenkel über. Indem sich der Ultraschall als Wechseldruck in der gesamten Flüssigkeit des U-Rohres und durch die Membran fortpflanzt, wird die Relativgeschwindigkeit der Flüssigkeitsteilchen erhöht und der Membrandurchtritt der Teilchen in beide Richtungen beschleunigt. Ultraschall erhöht so die Diffusionsgeschwindigkeit der Farbstoffteilchen.

## Versuch 8

### Beschleunigung des katalytischen Zerfalls von Wasserstoffperoxid im Ultraschallbad

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: 15 Minuten

Durchführung: 1 Stunde

#### Geräte:

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, 2 Kolbenprober, 2 Erlenmeyerkolben (250 ml), Meßzylinder (100 ml), 2 durchbohrte Gummistopfen, Glasschale ( $\varnothing$  ca. 15 cm), 2 Winkelrohre, 2 kurze Gummischlauchstücke.

#### Aufbau:



#### Chemikalien:

Wasserstoffperoxid-Lösung (30 %) (ätzend, C), Kupfersulfat-Lösung (mindergiftig, Xn), ( $c = 1 \text{ mol/L}$ ), destilliertes Wasser, Eis, Glimmspan.

**Durchführung:**

Alle Lösungen werden zunächst in Eiswasser vorgekühlt.

Es werden 30 ml 30%ige Wasserstoffperoxid-Lösung mit 60 ml destilliertem Wasser im Messzylinder verdünnt. Nun wird mit der Kupfersulfat-Lösung zur 100 ml Marke aufgefüllt. Diese Reaktionslösung wird auf die zwei Erlenmeyerkolben gleichmäßig verteilt. Die zwei Erlenmeyerkolben werden zügig jeweils mit einem Kolbenprober, der an einem Stativ befestigt wurde, über Stopfen mit Winkelrohr und Schlauchstück dicht verbunden. Der Erlenmeyerkolben der einen Apparatur taucht zur Kühlung in die Glasschale mit Eiswasser. Der Kolben der zweiten Apparatur taucht in das Wasser des USB, dem ebenfalls zuvor Eis zur Kühlung zugesetzt wurde. Das USB steht dabei auf der Hebebühne.

Man beobachtet nun eine eventuelle Zunahme des Gasvolumens in den Apparaturen und notiert nach 1 Minute das Volumen, welches am Kolbenprober abgelesen wird, als Anfangsvolumen.

Danach schaltet man das USB ein und bringt die Reaktionslösung im Erlenmeyerkolben durch Höhenverstellung der Hebebühne in Resonanz mit dem Ultraschallfeld des USB. Nach 5 Minuten wird erneut ein eventueller Gasvolumenzuwachs jeweils an den Kolbenprobern abgelesen und notiert. Dieser Vorgang wird eine halbe Stunde lang wiederholt.

Der unbeschallte Erlenmeyerkolben wird jeweils vor der Bestimmung des Gasvolumens geschwenkt, um die Gasbläschen aus der Reaktionslösung zu entfernen. Es ist darauf zu achten, dass beide Ansätze, insbesondere der beschallte, während der gesamten Versuchsdauer durch Eiswasser konstant gekühlt werden (gegebenfalls Eis nachgeben). Der Versuch wird nach 30 Minuten abgebrochen.

Schließlich wird die Glimmspanprobe im Gasraum über der Flüssigkeit in beiden Kolben durchgeführt.

**Beobachtungen und Auswertung:**

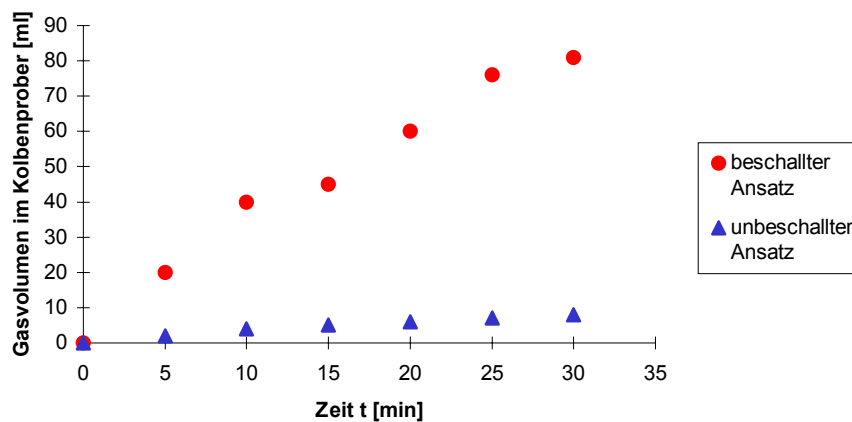
In der gekühlten Reaktionslösung beobachtet man nach Zugabe der Kupfersulfat-Lösung eine kaum merkliche Gasentwicklung. Nach 1 Minute hat das Gasvolumen bei beiden Ansätzen nicht messbar zugenommen.

Wird das USB eingeschaltet, kommt es in der beschallten Reaktionslösung zu einer verstärkten Gasabscheidung, die während der fortgesetzten Beschallung anhält. Die unbeschallte Reaktionslösung zeigt keine weitere Veränderung der Reaktionslösung. Es ist eine vergleichsweise geringe Gaszunahme am Kolbenprober messbar.

Die Glimmspanprobe ist im Gasraum über der beschallten Reaktionslösung positiv. Im unbeschallten Kolben ist dies nicht der Fall. Hier glimmt der Span nur sehr kurz ein wenig auf.

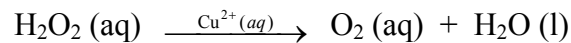
Während 30 Minuten wurden folgende Gasvolumen je Ansatz gemessen (Mittelwerte aus 12 Messungen):

Zeit [Minuten]	Gasvolumen im Kolbenprober [ml]	
	beschallter Kolben	unbeschallter Kolben
0	0	0
5	20	2
10	40	4
15	45	5
20	60	6
25	76	7
30	81	8



Wie der Graph zeigt, ist die zeitliche Zunahme an Gasvolumen im beschallten Ansatz deutlich höher als im unbeschallten.

Mit der Glimmspan-Probe wird nachgewiesen, dass aus beiden Reaktionslösungen Sauerstoff abgeschieden wurde. Der Sauerstoff entsteht neben Wasser bei der Zersetzung des Wasserstoffperoxids. Diese Reaktion wird durch die gelösten Kupfer-Ionen katalysiert.



Die Beschallung mit Ultraschall erhöht die Zerfallsrate des Wasserstoffperoxids in zweifacher Weise: Zum einen wird die Reaktionslösung kontinuierlich entgast, also eines der Produkte der Zerfallsreaktion ständig aus der Reaktionslösung entfernt. Nach dem Prinzip des kleinsten Zwanges wird deshalb der Zerfall von Wasserstoffperoxid weiter begünstigt.

Zum anderen kommt es bei der Akustokavitation in Flüssigkeiten, so auch bei der Reaktionslösung, zu mikroskopischen Überhitzungszonen. Hier läuft die katalyti-

sche Zersetzung schneller ab und es kommt ebenfalls zu einer Erhöhung der Zerfallsgeschwindigkeit.

**Fehlerquellen:**

Eine reproduzierbar quantitative Versuchsführung ist nicht möglich, und eine kinetische Auswertung des Versuchs nicht statthaft, da sich das Ultraschallfeld und damit die Resonanzbedingungen während des Versuchs durch das Abschmelzen des Eises im USB und durch die Neuzugabe von Eis ständig ändern. Die Resonanz muss immer wieder neu eingestellt werden, was nur mit wechselndem Erfolg gelingt. Eine konstant effektive Kavitation und Entgasung der Reaktionslösung während der Dauer des Versuchs ist also nicht gewährleistet.

Für einen relativen Vergleich, wie oben beschrieben, und für qualitative Aussagen ist der Versuch jedoch gut geeignet.

**Versuch 9****Reaktion von Eisen mit Schwefelsäure - Aufhebung der inhibitorischen Wirkung von Thiocyanat durch Ultraschall****Versuchsdauer:**

Vorbereitung: ca. 20 Minuten

Durchführung: ca. 45 Minuten

**Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, 2 Reagenzgläser mit seitlichem Ansatz, 4 Gummistopfen, 2 Kolbenprober, 2 kurze Schlauchstücke, Messzylinder (100 ml), Becherglas (250 ml), Stativmaterial, Hebebühne, Stoppuhr.

**Chemikalien:**

Eisenwolle, Schwefelsäure (C, ätzend),  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20\% (w)$ , Kaliumthiocyanat, Aceton (F, leichtentzündlich).

**Versuchsaufbau:**

**Durchführung:**

Es werden 2 x 0,2 g Eisenwolle genau abgewogen. Die Eisenwolle wird dann mit Aceton gründlich entfettet und auf Reagenzgläser mit seitlichem Ansatz verteilt. Die Reagenzgläser werden über den seitlichen Ansatz jeweils mit einem Kolbenprober verbunden. Ein Reagenzglas taucht in das Wasser des USB, das andere in das Wasser im Becherglas. Man gibt je 25 ml Schwefelsäure auf die Eisenwolle, verschließt beide Reagenzgläser zeitgleich mit einem Gummistopfen und schaltet das USB ein. Während der nächsten 10 Minuten wird nach jeder Minute das Volumen des gebildeten Wasserstoffgases am Kolbenprober abgelesen und notiert.

Dieser Parallelversuch wird wiederholt, wobei nun in der Schwefelsäure vorher jeweils genau 1 g Kaliumthiocyanat gelöst werden.

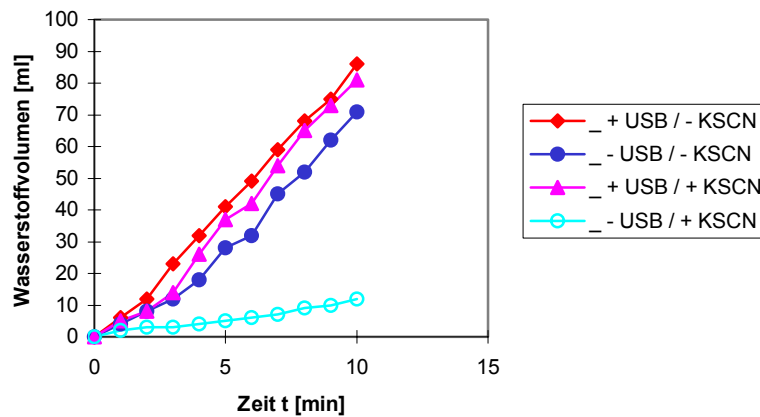
**Beobachtungen und Auswertung:**

Nach Zugabe der Schwefelsäure im ersten Versuch beobachtet man bei beiden Ansätzen eine leichte Gasentwicklung, indem sich kleine Gasbläschen an der Eisenwolle bilden. Die Gasentwicklung im beschallten Ansatz ist heftiger, pro Minute wird mehr Gas freigesetzt als im unbeschallten.

Im zweiten Versuch mit Schwefelsäure, in der Kaliumthiocyanat gelöst vorliegt, ist beim unbeschallten Ansatz kaum eine Zunahme an Gasvolumen zu beobachten. Die beschallte Reaktionsmischung liefert hier dagegen annähernd soviel Wasserstoffgas wie die im ersten Versuchsdurchlauf.

Gemessene Wasserstoffvolumina (Mittelwerte aus 12 Messungen):

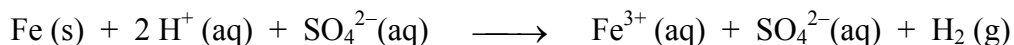
Zeit t [min]	Wasserstoffvolumen [ml]			
	+ USB / - KSCN	- USB / - KSCN	+ USB / + KSCN	- USB / + KSCN
1	6	4	5	2
2	12	8	8	3
3	23	12	14	3
4	32	18	26	4
5	41	28	37	5
6	49	32	42	6
7	59	45	54	7
8	68	52	65	9
9	75	62	73	10
10	86	71	81	12



Wie aus dem Graph ersichtlich, ist bei den beschallten Ansätzen nach 10 Minuten mehr Wasserstoff freigesetzt als bei den beiden unbeschallten.

Die Reaktion wird bei Anwesenheit von Thiocyanat-Ionen grundsätzlich inhibiert. Bei dem beschallten Ansatz ist die Wirkung des Inhibitors jedoch größtenteils aufgehoben und die Wasserstoffentwicklung liegt nur wenig unterhalb der des beschallten Ansatzes ohne Zusatz von Thiocyanat. Beim unbeschallten Ansatz hingegen ist bei Anwesenheit von Thiocyanat-Ionen die Reaktion und damit die Wasserstoffentwicklung stark gehemmt.

Eisen reagiert mit der Schwefelsäure zu Eisensulfat und Wasserstoff



In jedem Fall beschleunigt Ultraschall die Reaktion von Eisenwolle mit Schwefelsäure in mehrfacher Hinsicht:

Die Reaktionsmischung wird kontinuierlich entgast. Dadurch wird das Reaktionsgleichgewicht ständig in Richtung der Produkte (d.h. Wasserstoffbildung) verschoben.

Im besonderen kommt es während dieser Reaktion zur Bildung großer, im Drahtgeflecht eingeschlossener Wasserstoffblasen, die signifikante Anteile der Eisenoberfläche an der weiteren Reaktion mit der Schwefelsäure hindern. Im USB kommt dieses Phänomen nicht zustande und die Reaktion wird, im Gegensatz zur Reaktionsführung ohne Ultraschall, insoweit beschleunigt.



Die Eisenoberfläche wird von Oxidschichten und anderen Verunreinigungen befreit und dadurch aktiviert.

Thiocyanat-Ionen wirken als Inhibitor der Reaktion, indem sie an der Oberfläche der Eisenwolle adsorbiert werden und mit Eisenionen eine Adsorptionsschicht bilden. Diese Komplexschicht baut sich nun im Vergleich zur oben beschriebenen Reaktion nur langsam zu den Endprodukten ab und wird zum geschwindigkeitsbestimmenden Schritt [73]. Ultraschall hebt die inhibierende Wirkung auf, indem die Adsorptionsschichten in Folge von Kavitation ständig entfernt und die Produktbildungsreaktionen beschleunigt werden.

**Fehlerquellen:**

Die Bildung von größeren Gasblasen im Geflecht der Eisenwolle ist eine ungewollte Verzögerung der Reaktion, welche zu Fehlern in der quantitativen Auswertung führt und die Reproduzierbarkeit des Versuchs in Frage stellt. Auch liefert die Versuchsdurchführung im Ultraschallbad keine quantitativ reproduzierbaren Werte, da die Schallfeldgeometrie und damit die Resonanz von der Form der Stahlwolle beeinflusst wird. Die Form der Stahlwolle ändert sich aber bei jedem Versuchsansatz und im Verlauf der Reaktion.

## **Versuch 10**

### **Oxidation von Iodid-Ionen zu elementarem Iod**

#### **Versuchsdauer:**

Vorbereitung: ca. 10 Minuten

Durchführung: ca. 20 Minuten

#### **Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, 2 Erlenmeyerkolben (100 ml), Stativmaterial, Hebebühne.

#### **Chemikalien:**

Kaliumiodid-Lösung,  $c(\text{KI}) = \text{ca. } 1 \text{ mol/L}$ , Stärke-Lösung.

#### **Durchführung:**

Zwei Erlenmeyerkolben werden mit jeweils etwa 30 ml Kaliumiodid-Lösung und ca. 5 ml Stärke-Lösung gefüllt. Einer der Kolben wird in das Ultraschallbad eingehängt (siehe Abschnitt 4.1.9, Abbildung 34). Man beschallt etwa 15 Minuten.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Nach einigen Minuten der Beschallung beginnt sich die zuvor farblose Mischung gelbbraun zu färben. Am Boden des Kolbens bildet sich ein Feststoff, der sich im Laufe der Beschallung violett bis schwarz färbt. Der Kontrollansatz zeigt keine Veränderung (siehe Abschnitt 4.1.9, Abbildung 34).

In der beschallten wässrigen Lösung werden durch Kavitation unter anderem Hydroxyl-Radikale gebildet. Diese können zu Wasserstoffperoxid rekombinieren und oxidieren dann die Iodid-Ionen zu Iod.

Das Iod bildet mit Stärke bekanntlich einen Jodstärkekomplex, der unter Einwirkung von Ultraschall als dunkler Feststoff ausfällt.

## Versuch 11

### Oxidation von $\text{Fe}^{2+}$ in schwefelsaurer Lösung

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: *Herstellung der reinen Eisen(II)-Salzlösung:*  
ca. 30 Minuten  
Durchführung: 5-10 Minuten

#### Geräte:

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, 4 Reagenzgläser, Tropfpipette.

#### Chemikalien:

Eisen(II)-sulfat (Xn, mindergiftig), Eisenpulver, Ammoniumthiocyanat-Lösung (Xn, mindergiftig),  $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 1 \text{ mol/L}$ , verd. Schwefelsäure (C, ätzend),  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 10 \% (w)$ , destilliertes Wasser.

#### Durchführung:

In einem der Reagenzgläser löst man ca. 5 kleine Kristallkörner Eisen(II)-sulfat in ca. 10 ml Wasser auf und säuert die Lösung mit 1 ml verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  an. Zu dieser Lösung gibt man einen Spatel Eisenpulver und lässt sie 30 Minuten stehen. Danach gibt man wenige Tropfen der klaren Lösung über dem Eisenpulver in ein Reagenzglas. Zu dieser Probe gibt man 5 Tropfen der Ammoniumthiocyanat-Lösung. Ist keine Rotfärbung der Lösung zu erkennen, zieht man die Lösung über dem Eisenpulver ab und verteilt sie, je zur Hälfte, auf zwei saubere Reagenzgläser. Das eine Reagenzglas wird am Stativ befestigt und in das Wasserbad des USB gehängt. Man beschallt die Lösung im Reagenzglas 5 Minuten. Die Lösung im anderen Reagenzglas dient als Blindprobe.

Nach 5 Minuten werden zu beiden Lösungen 5 Tropfen der Ammoniumthiosulfat-Lösung gegeben. Man vergleicht beide Lösungen miteinander.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Die farblos transparente Lösung, die mit Ultraschall behandelt wurde, färbt sich beim Zutropfen der Ammoniumthiocyanat-Lösung schwach rot. Diese Farbreaktion ist bei der Blindprobe nicht zu beobachten.

Eisen(II)-Ionen werden in, schwefelsaurer Lösung durch sonolytisch gebildete H- und OH-Radikale zu Eisen(III)-Ionen oxidiert (vgl. Abschnitt 4.1.9 „FRICKE-Dosimeter“).

## Versuch 12

### Oxidation von Schwefelwasserstoff zu elementarem Schwefel

**Versuchsdauer:**

Vorbereitung: *Herstellung der H<sub>2</sub>S-Lösung*: ca. 15 Minuten

Durchführung: ca. 20 Minuten

**Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, 2 Reagenzgläser, Diaprojektor, Stativmaterial, Hebebühne.

**Chemikalien:**

Frisch hergestelltes Schwefelwasserstoffwasser,  $c(\text{H}_2\text{S}) = \text{ca. } 0,1 \text{ mol/L}$ .

**Sicherheitshinweis:**

Schwefelwasserstoffwasser nur unter einem gut ziehenden Abzug nach Vorschrift herstellen.

**Durchführung:**

In beide Reagenzgläser werden je 10 ml Schwefelwasserstoffwasser gegeben. Ein Reagenzglas wird nun fünfzehn Minuten im Ultraschallbad beschallt. Danach werden die Flüssigkeiten beider Reagenzgläser miteinander verglichen und in den Lichtkegel eines Diaprojektors gehalten.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Das Schwefelwasserstoffwasser im beschallten Reagenzglas weist gegenüber dem im unbeschallten eine sichtbare Trübung auf. Diese zeigt sich noch deutlicher im Lichtkegel des Diaprojektors (Tyndall-Effekt) (siehe Abschnitt 4.1.9, Abbildung 35).

Bei der Kavitation in der wässrigen Lösung des beschallten Ansatzes bilden sich Spuren von Wasserstoffperoxid und Sauerstoff. Diese oxidieren den undissoziierten Schwefelwasserstoffanteil zu elementarem kolloidalem Schwefel, welcher die Trübung verursacht.

## **Versuch 13**

### **Dehydrierung von Hydrochinon**

#### **Versuchsdauer:**

Vorbereitung: ca. 10 Minuten

Durchführung: ca. 15 Minuten

#### **Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, 2 Reagenzgläser.

#### **Chemikalien:**

Hydrochinon (Xn, mindergiftig), Ethanol (F, leichtentzündlich), konzentrierte Schwefelsäure (C, ätzend), Wasser.

#### **Durchführung:**

Ein Spatel Hydrochinon wird in je einem Reagenzglas in wenig Ethanol gelöst und die Lösung mit ca. 3 ml Wasser verdünnt. Ein Ansatz wird zehn bis fünfzehn Minuten beschallt. Danach versetzt man beide Lösungen langsam und vorsichtig mit etwa 1 ml Schwefelsäure.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Nach der Beschallung liegt eine schwach rotbraune Lösung vor, während die unbeschallte Lösung im zweiten Reagenzglas unverändert farblos bleibt. Durch Zugabe der Schwefelsäure nimmt die Färbung der beschallten Lösung zu, der Kontrollansatz bleibt farblos.

Durch die Einwirkung des Ultraschalls wird in der wässrigen Lösung durch Kavitation Wasserstoffperoxid gebildet, welches das leicht oxidierbare Hydrochinon überwiegend in gelbes 1,4-Benzochinon überführt. Chinone bilden mit konzentrierter Schwefelsäure intensiv gefärbte Oniumsalze.

## Versuch 14

### Reduktion von Permanganat

**Versuchsdauer:**

Durchführung: ca. 10 Minuten

**Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, 2 Reagenzgläser.

**Chemikalien:**

Kaliumpermanganat  $\text{KMnO}_4$  (O, brandfördernd; Xn, mindergiftig), verdünnte Schwefelsäure (C, ätzend),  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 10\% (w)$ , Argon, destilliertes Wasser.

**Durchführung:**

In dem einen Reagenzglas wird ein kleines Kristallkorn  $\text{KMnO}_4$  in ca. 10 ml destilliertem Wasser gelöst und mit ca. 1 ml verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  angesäuert. Die Hälfte dieser schwach rosa gefärbten Lösung wird in das zweite Reagenzglas überführt. Diese Lösung stellt man als Blindprobe beiseite. Das erste Reagenzglas wird am Stativ befestigt und in das Wasserbad des Ultraschall-Reinigungsbad es gehängt. Man beschallt ca. 10 Minuten, wobei man über eine Pasteur-Pipette Argon durch die Lösung perlen lässt. Danach werden beschallte Lösung und Blindprobe miteinander verglichen.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Die beschallte Lösung hat ihre rosa Farbe verloren und erscheint orange-braun.

Infolge Kavitation wird in der beschallten wässrigen Lösung etwas Wasserstoffperoxid gebildet. Dieses zerfällt in Sauerstoff und Protonen unter Elektronenabgabe, wobei Permanganat zu  $\text{Mn}^{2+}$  reduziert wird. Die orange-braune Färbung wird durch Braunstein  $\text{MnO}_2$  hervorgerufen, der bei Überschuss von Permanganat gebildet wird. Argon nimmt als Edelgas an der Reaktion nicht teil, ist aber als Nukleationsmittel der Kavitation notwendig.

**Hinweis:**

Die Oxidation gelingt auch in neutraler Lösung.

## **Versuch 15**

### **Sonolumineszenz von Wasser**

#### **Versuchsdauer:**

Vorbereitung: *Aufbau der Apparatur*: ca. 10 Minuten

*Dunkeladaptation des Auges*: 5 - 10 Minuten

Durchführung: beliebig

#### **Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, Schlauchmaterial, Gasfritte oder Glaskapillare.

#### **Chemikalien:**

Argon, destilliertes Wasser, Eis.

#### **Durchführung:**

Die Wanne des USB wird mit destilliertem Wasser und wenig Eis gefüllt. Nun wird das Wasser ca. 2 Minuten kräftig mit Gas aus der Druckbombe durchgespült. Dabei leitet man das Gas durch eine feine Gasfritte oder ein zu einer nicht zu engen Kapillare ausgezogenes Glasrohr. Der Versuch wird in dieser Weise fortgeführt, das USB eingeschaltet und der Raum möglichst komplett abgedunkelt.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Nachdem sich die Augen des Betrachters an die Dunkelheit gewöhnt haben (ca. 5 Minuten), nimmt man bei näherer Betrachtung ein schwaches bläuliches Schimmern im Wasser der Wanne wahr. Dieses Leuchten lässt sich etwas verstärken, wenn der Druck des einströmenden Gases erhöht wird. Mit dem Abschalten des USB verschwindet das Leuchten im selben Augenblick. Wird kein Gas mehr eingeleitet, nimmt das Leuchten ab und verschwindet nach einiger Zeit vollständig.

Wasser gehört zu einer Reihe Flüssigkeiten, die bei Beschallung mit Ultraschall Licht im visuellen Lichtspektrum emittieren. Die Kavitation wird in der sauberen Flüssigkeit durch gelöstes Argon und kleinste Gasbläschen, welche als Keime der Nukleation fungieren (vgl. Kapitel 3.1.2) geleitet. Die Sonolumineszenz des Wassers ist relativ schwach.

## Versuch 16

### Sonolumineszenz von Natronwasserglas

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: *Aufbau der Apparatur*: ca. 10 Minuten

*Dunkeladaptation des Auges*: 5 - 10 Minuten

Durchführung: beliebig

#### Geräte:

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, Schlauchmaterial, Gasfritte oder Glaskapillare, Erlenmeyerkolben (250 ml).

#### Chemikalien:

Natronwasserglas (Xi, reizend), spez. Gew. = 1,35, Argon, Glaswatte, Wasser, Eis.

#### Durchführung:

Es wird zunächst der USB-Standardaufbau zusammengestellt. Im Erlenmeyerkolben werden 100 ml Natronwasserglas 2 Minuten kräftig mit Argon aus der Druckbombe gespült (Gasfritte oder Kapillare). Ein Propf aus Glaswolle, der in die Öffnung des Kolbens gebracht wird, dient als Spritzschutz. Man leitet weiter Argon durch die Flüssigkeit und schaltet das USB ein. Der Raum wird vollständig abgedunkelt. Durch Höhenverstellung der Hebebühne wird die Flüssigkeit im Kolben in eine Position optimaler Resonanz gebracht.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Beim Einleiten des Gases bildet sich eine durch feine Gasbläschen milchig getrübe Lösung und an deren Oberfläche ein leichter Schaum. Nachdem sich die Augen an die Dunkelheit gewöhnt haben, beobachtet man ein schwaches orange-farbenes Leuchten der Lösung im Kolben. Wird der Gasdruck erhöht, so nimmt die Intensität der Lichtemission etwas zu. Stellt man die Gaszufuhr ein, so nimmt das Leuchten langsam ab und verschwindet nach einiger Zeit. Schaltet man das USB ab, verschwindet das Leuchten im selben Augenblick.

Natronwasserglas zeigt als viskose Flüssigkeit im Ultraschall Sonolumineszenz. Die Kavitation wird in der sauberen Flüssigkeit durch kleinste Argonbläschen, welche als Keime der Nukleation fungieren, eingeleitet.

Die Sonolumineszenz von Natronwasserglas ist relativ schwach.



## Versuch 17

### Sonolumineszenz von Perchlorsäure

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: *Aufbau der Apparatur*: ca. 10 Minuten

*Dunkeladaptation des Auges*: 5 - 10 Minuten

Durchführung: beliebig

#### Geräte:

Ultraschall-Reinigungsbad, Stativmaterial, Hebebühne, Schlauchmaterial, Gasfritte oder Glaskapillare, Erlenmeyerkolben (100 ml).

#### Chemikalien:

Perchlorsäure (C, ätzend; O, brandfördernd), c (HClO<sub>4</sub>) = 70 % (w), Argon, Glaswatte, Wasser, Eis.

#### Durchführung:

In den Erlenmeyerkolben gibt man ca. 50 ml Perchlorsäure und hängt ihn in das Wasserbad des USB-Standardaufbaus (siehe Abschnitt 4.1.1, Abbildung 28). Das Wasserbad des USB wird durch Zugabe von etwas Eis gekühlt. Nun wird über die Gasfritte oder die Glaskapillare vorsichtig Argon durch die Säure geleitet. Ein Propf aus Glaswatte, der in die Öffnung des Kolbens gebracht wird, dient als Spritzschutz. Das USB wird eingeschaltet und die Eintauchtiefe des Kolbens durch Höhenverstellung der Hebebühne so verändert, dass sich an der Oberfläche der Säure Resonanzwellen ausbilden. Der Versuchsraum wird abgedunkelt.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Nachdem sich die Augen ein wenig an die Dunkelheit gewöhnt haben, beobachtet man eine schwache grünliche Lumineszenz der Perchlorsäure. Das Leuchten lässt sich etwas verstärken, wenn man vorsichtig (!) den Gasdruck des durch die Säure geleiteten Argons erhöht. Wird das USB abgeschaltet, verlischt augenblicklich auch die Lumineszenz.

Das Argongas fördert den Nukleationsprozess in der kavitierenden Perchlorsäure. Bei der Kavitation wird Licht im visuellen Spektrum emittiert, welches als grünliches Leuchten wahrgenommen werden kann.

## **Versuch 18**

### **Sonolumineszenz von stark konzentrierter Natronlauge**

#### **Versuchsdauer:**

Vorbereitung: ca. 15 Minuten

Durchführung: beliebig

#### **Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, Hebebühne, Stativmaterial, Erlenmeyerkolben (100 ml), Polyethylen-Flasche (100 ml, Weithals mit Schraubverschluss), Gasfritte oder Pasteur-Pipette.

#### **Chemikalien:**

Natronlauge (C, ätzend),  $c(\text{NaOH}) = \text{ca. } 28 \text{ mol/L}$ , Argon, Glaswatte, Wasser, Eis.

Es werden zwei alternative Versuchsdurchführungen beschrieben: Variante A gewährleistet einen sehr sicheren Umgang mit der stark ätzenden Natronlauge. Eventuelles Spritzen ist nicht möglich. Wesentlich eindrucksvoller ist aber Variante B. Hier ist die Lichtemission bedeutend stärker.

#### Variante A:

##### **Durchführung:**

Die Polyethylen-Flasche wird mit der Natronlauge gefüllt. Nun leitet man einige Minuten lang Argon über die Fritte durch die Lauge. Die so präparierte Natronlauge wird in der nun verschlossenen Flasche in das Ultraschallbad gehängt und bei verdunkeltem Raum beschallt. Das Wasser des USB wird mit Eis gekühlt. Mit Hilfe der Hebebühne wird optimale Resonanz eingestellt.

##### **Beobachtungen:**

Nachdem sich die Augen etwas an die Dunkelheit gewöhnt haben, beobachtet man aus der Nähe eine orangegelbe Lichtemission der beschallten Natronlauge in Form vieler kleiner Funken, die sich in der Lauge bilden, bewegen und wieder verschwinden. Schaltet man den Ultraschall ab, verschwindet augenblicklich auch die Lumineszenzerscheinung.

#### Variante B:

##### **Durchführung:**

Der Erlenmeyerkolben wird zur Hälfte mit der Natronlauge gefüllt und in das Wasser des USB-Standardaufbaus gehängt (siehe Abschnitt 4.1.11, Abbildung 36). Nun wird Argon vorsichtig durch die Gasfritte oder ein Glasrohr mit fein

ausgezogener Spitze (Pasteur-Pipette) direkt in konzentrierte Natronlauge geleitet. Ein Wattepfropf verschließt dabei die Öffnung des Erlenmeyerkolbens als Spritzschutz. Der Versuchsraum wird abgedunkelt und der Druck des ausströmenden Argongases langsam und kontrolliert [!] erhöht.

**Beobachtungen:**

Die Abbildung 36 (Abschnitt 4.1.11) zeigt die auftretende, vergleichsweise sehr helle Sonolumineszenz der Natronlauge. Die Lumineszenz ist ohne Dunkeladaptation des Auges zu beobachten. Selbst der Raum, in dem der Versuch stattfindet, muss nicht vollständig abgedunkelt sein.

**Auswertung:**

Als wässrige Lösung mit einer hohen Viskosität und einem hohen Dipolmoment zeigt stark konzentrierte Natronlauge, dem empirischen Postulat folgend, im Ultraschall Sonolumineszenz. Die Kavitation wird in der sauberen Flüssigkeit durch gelöstes Argon und kleinste Gasbläschen, welche als Keime der Nukleation fungieren, eingeleitet. Die Lichtemission der Sonolumineszenz von konzentrierter Natronlauge ist verhältnismäßig stark. Die Lichtausbeute lässt sich beträchtlich steigern, wenn Argongas unter Druck durch die Säure geleitet wird (Vorsicht!).

## Versuch 19

### Sonolumineszenz von konzentrierter Schwefelsäure

**Versuchsdauer:**

Vorbereitung: ca. 15 Minuten

Durchführung: beliebig

**Geräte:**

Ultraschall-Reinigungsbad, Hebebühne, Stativmaterial, Polyethylen-Flasche (100 ml, Weithals mit Schraubverschluss), Erlenmeyerkolben (100 ml), Gasfritte oder Pasteur-Pipette.

**Chemikalien:**

Schwefelsäure (C, ätzend),  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96 - 98 \% (w)$ , Argon, Glaswatte, Wasser, Eis.

Es werden zwei alternative Versuchsdurchführungen beschrieben: Variante A gewährleistet einen sehr sicheren Umgang mit der stark ätzenden Schwefelsäure. Eventuelles Spritzen ist nicht möglich. Wesentlich eindrucksvoller ist aber Variante B. Hier ist die Lichtemission bedeutend stärker.

Variante A:**Durchführung:**

Die Polyethylen-Flasche wird mit Schwefelsäure gefüllt. Nun leitet man einige Minuten lang Argon über die Fritte durch die Säure. Die so präparierte Schwefelsäure wird in der nun verschlossenen PE-Flasche in das Ultraschallbad gehängt. Das Wasser des USB wird mit Eis gekühlt. Der Ultraschall wird eingeschaltet und der Raum verdunkelt. Mit Hilfe der Hebebühne wird optimale Resonanz eingestellt.

**Beobachtungen:**

Nachdem sich die Augen etwas an die Dunkelheit gewöhnt haben, beobachtet man aus der Nähe eine blaue Lichtemission der beschallten Schwefelsäure in Form vieler kleiner Lichtpunkte, die sich in der Säure bilden, bewegen und wieder verschwinden. Man kann Bereiche gehäufte Lichtpunkte unterscheiden, die parallel zur Schwingungsebene des Ultraschalls laufen. Schaltet man den Ultraschall ab, verschwindet augenblicklich auch die Lumineszenzerscheinung.

Variante B:**Durchführung:**

Der Erlenmeyerkolben wird zur Hälfte mit der Schwefelsäure gefüllt und in das Wasser des USB-Standardaufbaus gehängt (siehe Abschnitt 4.1.11, Abbildung

37). Nun wird Argon vorsichtig durch die Gasfritte, oder ein Glasrohr mit fein ausgezogener Spitze (Pasteur-Pipette) direkt in die konzentrierte Schwefelsäure geleitet. Ein Wattepropf verschließt dabei die Öffnung des Erlenmeyerkolbens als Spritzschutz. Der Versuchsraum wird abgedunkelt und der Druck des ausströmenden Argongases langsam und kontrolliert [!] erhöht.

**Beobachtungen:**

Die Abbildungen 37 und 38 (Abschnitt 4.1.11) zeigen die auftretende, vergleichsweise sehr helle Sonolumineszenz der konzentrierten Schwefelsäure. Die Lumineszenz ist ohne Dunkeladaptation des Auges zu beobachten. Selbst der Raum, in dem der Versuch stattfindet, muss nicht vollständig abgedunkelt sein.

**Auswertung:**

Konzentrierte Schwefelsäure weist unter den gegebenen Versuchsbedingungen von allen in dieser Arbeit untersuchten Flüssigkeiten die höchste Lichtemission bei der Sonolumineszenz auf.

## Versuch 20 Mikrowellen-Erwärmung von Wasser, Ethanol, Speiseöl und Petroleumbenzin

### Versuchsdauer:

Vorbereitung: ca. 5 Minuten  
Durchführung: ca. 10 Minuten

### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), 4 Bechergläser (50 mL), Waage, Thermometer

### Chemikalien:

Destilliertes Wasser, Ethanol (F, leichtentzündlich), Speiseöl, Petroleumbenzin (F, leichtentzündlich)

### Durchführung:

Von jeder Flüssigkeit werden ca. 10 ml in je ein Becherglas gegeben. Die Temperatur der jeweiligen Flüssigkeit wird vor dem Einstellen in den Mikrowellenofen gemessen. Die Proben werden hintereinander im Mikrowellenofen bei maximaler Leistungsstufe jeweils 30 Sekunden erhitzt. Bei allen Versuchsdurchläufen soll sich das Becherglas an gleicher Stelle mittig auf dem Glasdreheller der Mikrowelle befinden. Nach dem Erhitzen wird sofort die Temperatur der jeweiligen Probe festgestellt

### Beobachtungen und Auswertung:

Als Durchschnittswerte ergeben sich:

	T vorher [°C]	T nachher [°C]
Wasser	20	95
Ethanol	20	verdampft
Speiseöl	20	30
Petroleumbenzin	20	20

Wasser und Ethanol werden aufgrund ihres Dipolmoments im Mikrowellenfeld stark angeregt. Die Flüssigkeiten erhitzen sich dadurch stark. Ethanol erreicht innerhalb der Bestrahlungszeit die Siedetemperatur und verdampft komplett. Die Fettmoleküle haben einen geringen Dipolmoment. Das Speiseöl erwärmt sich deshalb sehr viel langsamer als Wasser und Ethanol. Die unpolaren Kohlenwasserstoffmoleküle des Petroleumbenzins werden durch die elektromagnetische Wechselfeld im Mikrowellenofen nicht zu Schwingungen angeregt und es kommt deshalb auch zu keiner Erwärmung der Flüssigkeit.

## Versuch 21

### Mikrowellen-Erwärmung verschiedener Fettprodukte

**Versuchsdauer:**

Vorbereitung: ca. 5 Minuten

Durchführung: ca. 3 Minuten

**Geräte:**Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), 3 Bechergläser (250 ml), Messer, 3 Uhrgläser ( $\varnothing$  9 cm), Waage,**Chemikalien:**

Halbfett-Butter, Butter, Frittierfett

**Durchführung:**

Von jedem der drei Fettprodukte werden 50 g in einem Stück in je ein Becherglas abgewogen und mit einem Uhrglas abgedeckt. Die Proben werden hintereinander im Mikrowellenofen bei maximaler Leistungsstufe erhitzt. Bei allen Versuchsdurchläufen soll sich das Becherglas an gleicher Stelle mittig auf dem Glasdreh-teller der Mikrowelle befinden. Es wird die Zeit bis zur vollständigen Schmelze gemessen.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Als Durchschnittswerte ergeben sich:

	Wassergehalt	Schmelzdauer
Halbfett-Butter	60 %	20 Sekunden
Butter	15 %	40 Sekunden
Frittierfett	0 %	70 Sekunden

Die gering polaren Fettmoleküle werden durch Mikrowellenstrahlung nur wenig angeregt. Die Erwärmung beruht also im wesentlichen auf dem Wassergehalt der Fettprodukte. Je höher der Wasseranteil ist, desto schneller erwärmt sich die Probe.

## Versuch 22

### Erwärmen eines Zweiphasensystems im Mikrowellenofen und auf der Heizplatte

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 5 Minuten

Durchführung: : ca. 2 Minuten

#### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), 2 Bechergläser (150 ml, hohe Form), Kolben-Messpipette (25 ml), Heizplatte, 2 Glasstäbe

#### Chemikalien:

Kupfersulfat-Lösung, (Xn, mindergiftig),  $c(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$  ca. 1,2 mol/l, destilliertes Wasser

#### Durchführung:

Mit einer Kolben-Messpipette werden in zwei Bechergläsern je 80 ml Wasser mit 20 ml Kupfersulfat-Lösung vorsichtig unterschichtet. Eine Probe wird auf der Heizplatte, die andere im Mikrowellenofen zum Sieden erhitzt. In jede Lösung wird ein Glasstab gestellt, um Siedeverzüge zu verhindern. Man misst die Zeit bis zum Sieden und beobachtet den Fortgang der Phasendurchmischung.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Durch vorsichtiges Unterschichten erhält man ein Zweiphasensystem mit der tiefblauen Kupfersulfat-Lösung als Unterphase. Beim Erhitzen auf der Heizplatte lassen sich kurz vor Beginn des Siedens aufsteigende Konzentrationsschlieren aufgrund von Wärmekonvektion beobachten. Die Phasentrennung bleibt dennoch bis zum Beginn des Siedens weitgehend stabil. Dann kommt es jedoch schnell zur Durchmischung durch aufsteigende Gasblasen. Im Unterschied dazu bleibt im mikrowellenerhitzten System die Phasentrennung auch nach Siedebeginn noch einige Zeit erhalten. Es ist nur das Aufsteigen von wenigen Gasblasen zu beobachten. Der Inhalt des Becherglases siedet nach kürzerer Zeit und im Vergleich ruhiger, was auf eine gleichmäßigere Erhitzung des Flüssigkeitsvolumens schließen lässt.



**Versuch 23****Nachweis der Inhomogenität des Mikrowellenfelds eines Haushalts-Mikrowellenofens****Versuchsdauer:**

Vorbereitung: : ca. 5 Minuten

Durchführung: : ca. 5 Minuten

**Geräte und Materialien:**Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), 2 Styropor<sup>®</sup>-Platten, Papiertücher, Sprühpistole, Thermofaxpapier, Wasser**Durchführung:**

Versuchsteil A:

Eine Styropor<sup>®</sup>-Platte wird auf den Durchmesser des Drehtellers des Mikrowellenofens zugeschnitten und mit einem Papiertuch bedeckt, das mit Wasser aus der Sprühpistole durchfeuchtet wird. Auf das Papiertuch wird das Thermo-Faxpapier glatt aufgelegt. Die so präparierte Platte wird auf den Drehteller in den Ofeninnenraum gelegt. Die Ofentür wird geschlossen und die Mikrowelle bei maximaler Leistung gerade so lange eingeschaltet, dass sich eine Schwärzung auf dem Faxpapier abzeichnen beginnt.

Versuchsteil B:

Eine zweite Styropor<sup>®</sup>-Platte wird auf das Grundflächenmaß des Ofeninnenraums zugeschnitten. Weiterhin wird, wie im Versuchsteil A beschrieben, verfahren, jedoch wird die Platte auf den Boden des Mikrowellen-Innenraums gelegt, aus dem der Glasdrehteller zuvor entfernt wurde.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Nach etwa 5 Sekunden beginnt sich bei beiden Teilversuchen das Thermofaxpapier in Bereichen rasch schwarz zu färben. Im ersten Versuch ergibt sich ein für das benutzte Mikrowellengerät charakteristisches, reproduzierbares Muster von punkt- und bandförmigen Schwärzungsbereichen (Abschnitt 4.2.1, Abbildung 39). Im zweiten Versuch erkennt man deutlich eine breitflächige, ringförmige Schwärzung des Faxpapiers um die Drehachse des Glastellers (Abschnitt 4.2.1, Abbildung 40).

In den hot spot - Zonen des inhomogenen Mikrowellenfelds erhitzt sich das feuchte Papiertuch sehr viel schneller und Wasser verdampft hier früher als in den übrigen Flächenbereichen des Tuchs. Der heiße Wasserdampf verursacht die Schwärzung des Thermopapiers.

## **Versuch 24** **„Compact disc“ und Mikrowelle**

**Versuchsdauer:** ca. 1 Minute

### **Geräte und Material:**

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), Compact Disc

### **Durchführung:**

Die CD wird mit der nicht bedruckten Seite nach oben mittig auf den Glasdrehteller in den Ofen gelegt. Die Mikrowelle wird bei maximaler Leistung eingeschaltet, jedoch nicht länger als 5 Sekunden, da es sonst zur Pyrolyse des Kunststoffes Polycarbonat kommt.

### **Beobachtungen und Auswertung:**

Kurz nach Einschalten der Mikrowellenstrahlung leuchtet die CD unregelmäßig, aber heftig auf. Das für elektrische Funkenentladungen typische Zischen ist zu hören. Die dünne Aluminiumbedampfung zwischen Trägerscheibe und Lack-schicht der CD wird im Mikrowellenfeld elektronisch so stark angeregt, dass sie schließlich verglüht. Dies geschieht allerdings nicht gleichmäßig. Das Abbrennen der Metallbedampfung beginnt vielmehr an zahlreichen Stellen durch spontan auftretende Zündfunken. Diese breiten sich in Sekundenbruchteilen unter Ausbildung von Funkenstrecken über die gesamte Fläche der CD aus. Dieser Abbrand hinterlässt charakteristische Schmorspuren auf dem Kunststoffträger, die ein filigranes, Fraktalmuster bilden (Abschnitt 4.2.1, Abbildung 41).

## Versuch 25

### Erzeugung eines Schwefel- und Iodplasmas

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 20 Minuten

Durchführung: : ca. 2 Minuten

#### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), 2 Gaswägekugeln (500 ml, Duran), Kristallisierschale ( $\varnothing$  9 cm), Blumendraht, Vakuumpumpe

#### Chemikalien:

Iod (sublimiert) (Xn, gesundheitsschädlich; N, umweltgefährlich), Schwefel (Schwefelblüte)

#### Durchführung:

In die eine Gaswägekugel bringt man mit Hilfe des Blumendrahtes etwa die Menge einer Spatelspitze Schwefelblüte, in die zweite Kugel etwa drei kleine Iodkristalle. Beide Kugeln werden 5 Minuten evakuiert. Jeweils eine der beiden „Plasmalampen“ wird genau mittig auf dem Glasdrehsteller im Mikrowellenofen positioniert (Kristallisierschale als Auflage verwenden!) und höchstens eine halbe Minute lang bei maximaler Mikrowellenleistung bestrahlt. Der Versuch wird bei verschiedenen Leistungsstufen des Mikrowellenofens wiederholt.

#### Hinweis:

Die Gaswägekugel darf während des Mikrowellenbetriebs die Innenwand des Ofens zu keiner Zeit berühren. Die Glaswände der Kugeln heizen sich während des Versuchs sehr stark auf – Vorsicht beim Herausnehmen der Kugel!

#### Beobachtungen und Auswertung:

Nach ca. 10 Sekunden Bestrahlung der „Schwefellampe“ kommt es zu einem hellen, flackernden Aufleuchten. Die Lichtemission nimmt im Verlauf weiterer 5 Sekunden stark zu und bricht dann unvermittelt ab. Die „Iodlampe“ zündet im Vergleich früher, die Lichtemission ist über längere Zeit stabil. Die Emissionsspektren liegen im blau-violetten Bereich (Abschnitt 4.2.1, Abbildung 42).

Schwefel bzw. Iod wird durch Mikrowellenanregung zunächst verdampft. Die Moleküle dissoziieren und ionisieren, der Plasmazustand wird erreicht. Bei der gleichzeitig ablaufenden Plasmaentladung wird Licht- und Wärmeenergie frei.

In diesem Versuch kann außerdem die Funktionsweise von Haushalts-Mikrowellenöfen genauer nachvollzogen werden: Da das Magnetron eine feste Mikrowellen-Sendeleistung hat, kann die Mikrowellenintensität im Ofenraum nur zeitlich gemittelt durch die Pulsdauer, d. h. durch die Dauer des Ein- und Ab-

schaltintervalls des Magnetrons, verändert werden. Das unterschiedliche Ein- und Ausschaltintervall der Leistungsstufen kann am Einsetzen bzw. Erlöschen des Plasmaleuchtens festgestellt werden.

## Versuch 26 Oxidation von Ethanol zu Ethanal

### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 10 Minuten

Durchführung: : ca. 5 Minuten

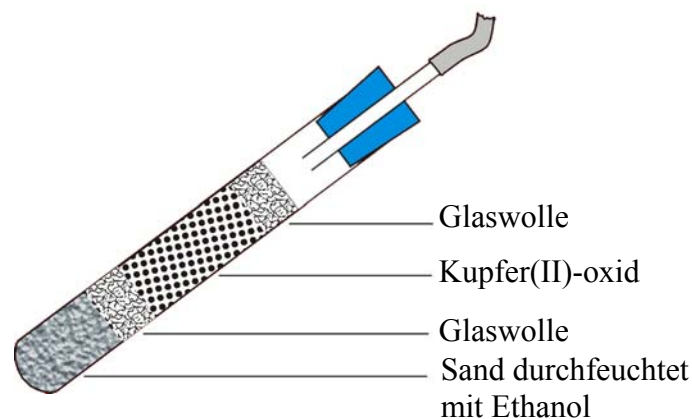
### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (mit Teflonschlauch ausgerüstet), Quarzreagenzglas ( $\varnothing_{\text{innen}} = 17 \text{ mm}$ ,  $h = 180 \text{ mm}$ ), Stopfen mit Bohrung, Gasometer, ausgezogenes Glasrohr, Stahlwolle, Becherglas

### Chemikalien:

Ethanol, (F, leichtentzündlich), Kupfer(II)-oxid, Sand, Glaswolle, Schiff's-Reagenz

### Aufbau:



### Durchführung:

Der Sand im Quarzreagenzglas wird mit Ethanol durchfeuchtet. Darüber wird Glaswolle und Kupfer(II)-oxid geschichtet. Das Quarzreagenzglas wird mit dem Stopfen verschlossen und dieser an den Teflonschlauch im Innenraum des Mikrowellenofens angeschlossen. Das andere Schlauchende, außerhalb des Mikrowellenofens, wird mit dem Gasometer verbunden. Nun wird das Quarzreagenzglas in einem *hot spot* bestrahlt. Das aufgefangene Gas wird mit Schiff's-Reagenz geprüft.

### Beobachtungen und Auswertung:

Das Kupfer(II)-oxid glüht nach kurzem Bestrahlen im Mikrowellenofen auf. Im Gasometer lässt sich ein Gas auffangen, das den typischen Ethanalgeruch aufweist. Der Aldehyd-Nachweis mit Schiff's-Reagenz ist positiv. Das aufgefangene Gas ist Ethanal.

## Versuch 27

### Darstellung von Kupferphthalocyanin

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 5 Minuten

Durchführung: : ca. 20 Minuten

#### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen 700 Watt, mit Drehteller  
250-ml-Bechergläser, 250-ml-Erlenmeyerkolben, Saugflasche, Nutsche mit Papierrundfilter, Glaswolle

#### Chemikalien:

Phthalsäureanhydrid, (Xi, reizend), Harnstoff, verd. Natronlauge, (c, ätzend),  
 $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ , destilliertes Wasser

#### Durchführung:

3 g Phthalsäureanhydrid, 3 g Harnsäure und eine Spatelspitze Kupfer(II)-chlorid (20 – 60 mg) werden in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben eingewogen, vermischt und mit wenigen Tropfen Wasser angefeuchtet. Der Kolbenhals wird mit Glaswolle verschlossen. Der Erlenmeyerkolben mit dem Reaktionsansatz wird auf den Drehteller in den Mikrowellenofen gestellt und bei 700 Watt 5 Minuten erhitzt. Anschließend werden dem Reaktionsansatz 100 ml verdünnte Natronlauge zugeetzt. Der Erlenmeyerkolben wird wieder mit Glaswolle verschlossen und weitere 5 Minuten im Mikrowellenofen erhitzt. Wenn die Lösung zu sieden beginnt, muss die Anfangsleistung von 700 Watt entsprechend reduziert werden, damit die Lösung nicht zu heftig weiter siedet. Nach dem Abkühlen wird der Inhalt des Erlenmeyerkolbens über einen Rundfilter über die Nutsche abfiltriert und der Filterrückstand mit heißem Wasser gewaschen. Der verbleibende Filtrückstand wird bei 100° C getrocknet.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Der zunächst farblose Reaktionsansatz beginnt nach etwa einer halben Minute im Mikrowellenofen zu schmelzen. Die Farbe der Schmelze ändert sich langsam nach grün, schließlich dunkelblau bis violett. Als Nebenprodukt entsteht Ammoniak, der aus dem Erlenmeyerkolben entweicht und auch außerhalb des Mikrowellenofens am Geruch wahrnehmbar ist. Nach dem Abkühlen liegt eine Suspension mit Anteilen eines weißen und dunkelblauen Niederschlags vor. Nach dem Waschen und Trocknen liegen auf dem Filter dunkelblaue Kristallnadeln vor.

## Versuch 28

### Herstellung von Phthalocyaninen mit verschiedenen Metallsalzen

**Versuchsdauer:**

Pro Ansatz ca. 20 Minuten

**Geräte:**

Haushalts-Mikrowellenofen 700 Watt, mit Drehteller, 250 ml Bechergläser, 250-ml-Erlenmeyerkolben, Saugflasche, Nutsche mit Papierrundfilter, Glaswolle

**Chemikalien:**

Phthalsäureanhydrid (Xi, reizend), Harnstoff, Natronlauge, (C, ätzend),  $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ ,

	<i>Metallsalz</i>
1	$\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
2	$\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$
3	$\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
4	$\text{MnCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$
5	$\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
6	$\text{ZnCl}_2$
7	$\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
8	$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
9	$\text{PbCl}_2$

**Durchführung:**

3 g Phthalsäureanhydrid, 3 g Harnsäure und eine Spatelspitze (20 – 60 mg) des entsprechenden Metallsalzes werden in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben eingewogen, vermischt und mit wenigen Tropfen Wasser angefeuchtet. Der Kolbenhals wird mit Glaswolle verschlossen. Der Erlenmeyerkolben mit dem Reaktionsansatz wird auf den Drehteller in den Mikrowellenofen gestellt und bei 700 Watt 5 Minuten erhitzt. Anschließend werden dem Reaktionsansatz 100 ml verdünnte Natronlauge zugesetzt. Der Erlenmeyerkolben wird wieder mit Glaswolle verschlossen und weitere 5 Minuten im Mikrowellenofen erhitzt. Wenn die Lösung zu sieden beginnt, muss die Anfangsleistung von 700 Watt entsprechend reduziert werden, damit die Lösung nicht zu heftig weiter siedet. Nach dem Abkühlen wird der Inhalt des Erlenmeyerkolbens über einen Rundfilter über die Nutsche abfiltriert

und der Filtrerrückstand mit heißem Wasser gewaschen. Der verbleibende Filtrerrückstand wird bei 100° C getrocknet.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Es liegen nach dem Trocknen, je nach verwendetem Metallsalz, unterschiedlich gefärbte Produkte vor:

	Zugesetztes Metallsalz	Farbe des Produktes nach dem Trocknen
1	$\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	dunkelblau
2	$\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$	dunkelblau-grün
3	$\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	dunkelblau-violett
4	$\text{MnCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$	braun
5	$\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	dunkel blau
6	$\text{ZnCl}_2$	hell türkis
7	$\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	türkis
8	$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	türkis
9	$\text{PbCl}_2$	gelb-grün



## Versuch 29

### Herstellung eines bleifreien Borosilikat-Glases und Glasfärben

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 20 Minuten

Durchführung: : ca. 10 Minuten

#### Geräte:

AST - Element mit Tiegel, Gasbetonstein, Mikrowellenofen (800 Watt), Tiegelflange, Spatel, Mörser mit Pistill

#### Chemikalien:

Borsäure, Quarzsand, Calciumcarbonat, Natriumcarbonat (Xi, reizend), Lithiumcarbonat (Xn, gesundheitsschädlich)

Zur Glasfärbung werden benötigt:

<i>Metallsalz</i>	<i>Glasfärbung</i>
Kobalt(II)-oxid	tiefblau
Kupfer(II)-sulfat	blau
Chrom(III)-oxid	grün
Eisen(III)-oxid	gelb

#### Durchführung:

Im Mörser werden 10,6 g Borsäure, 1 g Quarzsand, 1,7 g Calciumcarbonat, 1,8 g Natriumcarbonat und 4,2 g Lithiumcarbonat sorgfältig gemischt. Verstaubungen sind dabei zu vermeiden. Gefärbte Gläser lassen sich durch Zusatz von Spuren des entsprechenden Metallsalzes zum Gemenge herstellen.

Der Tiegel des AST-Elements wird zur Hälfte mit dem Gemenge gefüllt, das AST-Element auf dem Gasbetonstein im Mikrowellenofen positioniert und die Ofentür geschlossen. Die Mikrowelle wird bei voller Leistung eingeschaltet, bis die Mischung im Tiegel glüht und raucht. Anschließend wird das AST-Element mit der Tiegelflange rasch aus dem Mikrowellenofen genommen und auf eine feuerfeste Unterlage abgestellt. Der Tiegel wird mit der Tiegelflange aus der Form genommen und die Schmelze auf eine feuerfeste Unterlage (bewährt hat sich der gekachelte Labortisch) gegossen, so dass möglichst kleine Glasperlen erhalten werden.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Der Tiegel glüht nach etwa 2 Minuten Mikrowellenerhitzung gleichmäßig auf (Abschnitt 5.4.1, Abbildung 54). Die Glasmischung bläht sich zunächst über den Rand des Tiegels auf, fällt aber bald wieder zusammen und wird zu einer dünnflüssigen Schmelze. Diese entwickelt nach etwa 4 Minuten eine mäßige Rauch-

fähne und wird dann homogen und weitgehend blasenfrei. Die erkalteten Glasperlen lassen sich ohne Schwierigkeiten vom gekachelten Labortisch abnehmen, größere Perlen zerspringen jedoch sehr leicht aufgrund von Glasspannungen infolge der schnellen Abkühlung (Abschnitt 5.4.1, Abbildung 55).

## Versuch 30

### Herstellen verschiedener Glassorten

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 60 Minuten

Durchführung: : ca. 60 Minuten

#### Geräte:

AST - Element mit Porzellantiegeln, Gasbetonstein, Mikrowellenofen (800 Watt), Tiegelzange, Spatel, Mörser mit Pistill

#### Chemikalien:

	1 Borglas	2 Flaschen- glas	3 Fensterglas	4 Lampen- glas	5 Duran®	6 Jena <sup>er</sup> glas	7 Pyrex®	8 Majoli- kaemail
SiO <sub>2</sub>	10,0g	108,2g	108,0g	109,4g	121,5g	111,8g	120,0g	10,5g
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	18,0g	35,0g	36,6g	42,9g	16,7g	-	4,8g	7,7g
CaCO <sub>3</sub>	17,0g	27,0g	22,5g	12,6g	5,3g	2,2g	-	0,8g
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	106,0g	-	-	0,3g	16,7g	5,6g	13,0g	6,0g
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	3,1g	2,0g	3,3g	3,1g	12,8g	-	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	0,1g	0,1g	0,1g	-	-	-	-
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	-	-	-	0,4g	4,4g	-	4,4g	-
MgCO <sub>3</sub>	-	-	10,9g	11,3g	-	0,3g	-	-
Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	42,0g	-	-	-	-	-	-	-
BaCO <sub>3</sub>	-	-	-	-	-	-	-	7,8g
CaF <sub>2</sub>	-	-	-	-	-	-	-	2,9g
KNO <sub>3</sub>	-	-	-	-	-	-	-	3,3g
Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	-	-	-	-	-	-	-	11,3g

#### Durchführung:

Die Gemengebestandteile der unterschiedlichen Gläser werden nach Mengenangabe der Tabelle abgewogen und in einem Mörser gründlich miteinander verrieben.

Der vorbereitete Porzellantiegel wird zur Hälfte mit dem gewünschten Gemenge 1-8 gefüllt, im Mikrowellenofen in einem *hot-spot* Bereich positioniert und die Ofentür geschlossen. Die Mikrowelle wird bei maximaler Leistungsstufe eingeschaltet, bis das Gemenge im Tiegel glüht und eine leichte Rauchentwicklung bemerkbar ist. Ist das Gemenge vollständig zusammengeschmolzen und die Schmelze weitgehend blasenfrei, wird der Tiegel mit der Tiegelfzange rasch aus dem Mikrowellenofen genommen und versucht, die Schmelze auf eine feuerfeste Unterlage (bewährt hat sich der gekachelte Labortisch) zu gießen, so dass nach Möglichkeit kleine Glasperlen erhalten werden.

### **Beobachtungen und Auswertung:**

Die Aktivkohle glüht stellenweise schon nach 2 Sekunden der Mikrowellenbestrahlung auf. Der Tiegel glüht im Verlauf von etwa 2 Minuten gleichmäßig. Die verschiedenen Gemenge verhalten sich bei fortgesetztem Erhitzen unterschiedlich:

Gemenge 1 (Borglas) bläht sich zunächst über den Rand des Tiegels auf, schmilzt im Verlauf von ca. 4 Minuten zusammen. Die Schmelze entwickelt nach etwa 5 Minuten eine mäßige Rauchfahne und ist nach maximal 10 Minuten weitgehend blasenfrei. Nach dem Herausnehmen des Tiegels aus dem Mikrowellenofen bleibt die Schmelze noch etwa eine halbe Minute soweit flüssig, dass kleine Glastropfen gegossen werden können. Die erkalteten Glasperlen lassen sich ohne Schwierigkeiten vom gekachelten Labortisch abnehmen, größere Perlen zerspringen jedoch aufgrund von Glasspannungen infolge der schnellen Abkühlung leicht.

Gemenge 2 (Flaschenglas), 3 (Fensterglas) und 4 (Glühlampenglas) schmelzen jeweils im Verlauf von 10 Minuten zusammen. Die Schmelzen sind hochviskos und nicht gießfähig. Mit der Tiegelfzange können die Glasschmelzen verformt und gezogen werden.

Gemenge 5 (Duran<sup>®</sup>) ist auch nach 20 Minuten Mikrowellenbestrahlung nur teilweise verglast. Eine homogene Schmelze wird auch bei fortgesetzter Bestrahlung nicht erhalten.

Gemenge 6 (Jena<sup>er</sup>glas) und 7 (Pyrex<sup>®</sup>) sintern im Verlaufe von 20 Minuten zusammen. Eine Glasschmelze wird jedoch nicht erhalten.

## **Versuch 31**

### **Umschmelzen von Flaschenglas**

#### **Versuchsdauer:**

ca. 30 Minuten

#### **Geräte:**

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Mörser mit Pistill, Becherglas (250 ml), Bunsenbrenner, Dreifuß mit Keramikdrahtnetz, Tonblumentopf (500 ml), Tiegelzange, Papiertücher

#### **Chemikalien:**

kleine Getränkeglasflasche (0,5 l), Wasser

#### **Durchführung:**

Der Boden der Getränkeglasflasche wird über der Brennerflamme erhitzt und danach schnell in Wasser getaucht. Als Tauchbad wird das zur Hälfte mit Wasser gefüllte Becherglas verwendet. Nach dem Abschrecken erhaltene größere Glasscherben können noch einmal auf dem Keramikdrahtnetz erhitzt und erneut abgeschreckt werden. Hierbei wird der Tonblumentopf als Splitterschutz umgedreht über die Glasscherben auf das Keramikdrahtnetz gestellt. Die erhaltenen Glasscherben werden im Mörser unter etwas Wasser weiter mit dem Pistill zerkleinert und zerrieben. Das Glasgranulat wird auf einem Papiertuch ausgebreitet und getrocknet. Zum Schmelzen des Glases wird der vorbereitete Schmelztiegel zur Hälfte mit dem Glasgranulat gefüllt und im Mikrowellenofen fünf Minuten bei 800 Watt bestrahlt.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Das granuliertes Glas schmilzt im rot glühenden Tiegel innerhalb von fünf Minuten zusammen. Die blasenfreie Schmelze ist sehr zähflüssig und lässt sich nicht aus dem Tiegel gießen. Mit Hilfe einer Tiegelzange können einzelne Glasfäden direkt aus der Schmelze gezogen und die plastische Formbarkeit der Schmelze gezeigt werden. Das Glas erweist sich beim Abkühlen als sehr temperaturwechselbeständig und spannungsarm.

## Versuch 32 Emaillieren im Mikrowellenofen

### Versuchsdauer:

ca. 15 Minuten

### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), 2 Tonblumentöpfe (30 ml), Tiegelflange, Becherglas (250 ml), Mörser mit Pistill, Spatel, Papiertücher

### Chemikalien:

Gemenge zur Herstellung von Majolika-Email (siehe Tabelle Versuch 30), Kupfermünzen, halbkonzentrierte Ammoniak-Lösung, (Xi, reizend),  $c \approx 6 \text{ mol/L}$ , Wasser, gekörnte Aktivkohle

### Durchführung:

Das Gemenge wird, wie in Versuch 30 beschrieben, geschmolzen. Die Schmelze wird in das zur Hälfte mit Wasser gefüllte Becherglas gegossen und somit abgeschreckt. Das Wasser wird von dem erhaltenen Glas dekantiert. Das poröse und brüchige Glasgranulat wird im Mörser unter etwas Wasser zu einem feinen Pulver verrieben. Das feuchte Emailpulver wird mit dem Spatel auf die gereinigte Kupfermünze gebracht, so dass diese vollständig etwa 1 mm bedeckt ist. Mit dem Papiertuch zieht man den Großteil der Feuchtigkeit vorsichtig vom Rand her ab und lässt das Emailpulver auf der Münze vollständig trocken.

Zur gründlichen Reinigung der Kupfermünze wird diese etwa 10 Minuten in die Ammoniak-Lösung getaucht. Grobe Verunreinigungen der Kupfermünze können zuvor mit Stahlwolle oder Schmirgelpapier entfernt werden.

Die Tonblumentöpfe werden ineinander gestellt, wobei der äußere beim späteren Erhitzen in der Mikrowelle als Schutzmantel für den eventuell brechenden inneren Tontopf dient. Das Loch des inneren Tontopfes wird mit einem passenden Metall-, Porzellan- oder Geldstück abgedeckt um den Tontopf zu etwa 2/3 mit gekörnter Aktivkohle füllen zu können.

Die mit dem Emailpulver belegte Kupfermünze wird vorsichtig mit Hilfe der Tiegelflange auf die Aktivkohle in den Tontopf gelegt und dieser in den Mikrowellenofen gestellt. Bei maximaler Leistungsstufe des Ofens wird die Aktivkohle etwa 2 Minuten auf Rotglut erhitzt, bis das Emailpulver auf der Münze geschmolzen und die Schmelze blasenfrei ist.

### Beobachtungen und Auswertung:

Durch Zusammenschmelzen des Gemenges zur Herstellung von Majolika-Email erhält man eine Schmelze, die dünnflüssig und damit gießfähig ist. Nach dem

Aufschmelzen des Emailpulvers und Abkühlen der Münze erhält man auf dieser einen festhaftenden, farblos transparenten Emailüberzug, der eine gute Temperaturwechselbeständigkeit besitzt.

**Anmerkung:**

Zum Emailieren von Münzen und Porzellanscherben kann auch feinpulverisiertes Flaschenglas aus 3.5 verwendet werden. Auch käufliches Emailpulver ist sehr gut für das Emailieren im Mikrowellenofen nach dem beschriebenen Verfahren geeignet.

### **Versuch 33**

#### **Schmelzen von Aluminium**

**Versuchsdauer:**

ca. 15 Minuten

**Geräte:**

Mikrowellenofen (700 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Tiegelzange, Schere

**Chemikalien:**

Aluminium-Reste (z. B. Teelichtschalen, Aluminiumfolie), Kochsalz, Wasser

**Durchführung:**

Mit der Schere werden kleine Aluminiumstücke zurecht geschnitten. Der Porzellantiegel wird zu etwa  $\frac{2}{3}$  mit Kochsalz gefüllt und im AST-Element anschließend etwa 10 Minuten im Mikrowellenofen geglüht, bis das Kochsalz vollständig geschmolzen ist. AST-Element mit Tiegel werden aus dem Mikrowellenofen genommen und auf einer feuerfesten Unterlage abgestellt. In die Kochsalzschmelze werden einzelne Aluminiumstücke gegeben. Nach dem Abkühlen der Schmelze wird das Kochsalz mit Wasser aus dem Tiegel gelöst.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Die rot glühende Kochsalzschmelze ist nach den Herausnehmen des AST-Elements aus dem Mikrowellenofen im Porzellantiegel noch etwa zwei Minuten soweit flüssig, dass mehrere Aluminiumstücke in ihr geschmolzen werden können. Die Aluminiumstücke schmelzen in sehr kurzer Zeit und sinken dabei auf den Boden des Tiegels. Nach dem Entfernen der erstarrten Kochsalzschmelze bleiben mehrere kleine Aluminiumreguli zurück.



## **Versuch 34**

### **Schmelzen von Silberpulver**

**Versuchsdauer:**

ca. 15 Minuten

**Geräte:**

Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Tiegelzange, Schere

**Chemikalien:**

Silberpulver (aus Fixierbad, z. B. nach [81]), Natriumtetraborat ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ), (Xn, gesundheitsschädlich), Wasser

**Durchführung:**

Das schwarze Silberpulver wird mit 1 - 2 Spateln wasserfreiem Natriumtetraborat vermischt und im Tiegel des AST-Elements 10 Minuten bei 800 Watt Mikrowellenleistung erhitzt. Nach dem Abkühlen wird das Natriumtetraborat mit heißem Wasser entfernt.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Beim Glühen der Schmelze entwickelt sich etwas Rauch. Das Silberpulver schmilzt im Tiegel zu einem weißglänzenden Regulus zusammen (Abschnitt 5.4.2, Abbildung 56).

## Versuch 35

### Darstellen von Kupfer aus Kupfer(II)-oxid

**Versuchsdauer:**

ca. 20 Minuten

**Geräte:**

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Quarzglasdeckel, Spatel, Tiegelzange, Metallplatte, Hammer

**Chemikalien:**

Kupfer(II)-oxid (gepulvert), gekörnte Aktivkohle, Natriumtetraborat  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (wasserfrei), (Xn, gesundheitsschädlich), Ethanol (F, leichtentzündlich)

**Durchführung:**

In ein Becherglas werden 12 g Kupfer(II)-oxid, 2 g Aktivkohle und 1 g Natriumtetraborat eingewogen und gut vermischt. Die Mischung wird in den Porzellantiegel gefüllt, mit etwas Aktivkohle zum Schutz vor Oxidation während des Glühens abgedeckt. Der Tiegel wird nun mit dem Quarzglasdeckel abgedeckt. Tiegel mit AST-Element werden in den Mikrowellenofen gestellt und bei 800 Watt 5 Minuten beheizt. Danach wird mit der Tiegelzange das AST-Element aus dem Mikrowellenofen entnommen, der Quarzglasdeckel entfernt und der Inhalt des Porzellantiegels auf eine feuerfeste Unterlage (eine Metallplatte eignet sich besser als der Labortisch) geleert.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Die Aktivkohle im AST-Element glüht nach etwa einer halben Minute im Mikrowellenofen hell auf. Nach etwa zwei Minuten ist eine Rauchentwicklung und eine bläuliche Flamme (Kohlenmonoxidflamme), die unter dem Tiegeldeckel herausschlägt zu beobachten. Die Flamme wird gegen Ende der Glühzeit wieder schwächer. Es lässt sich eine glühend flüssige Schmelze aus dem Tiegel auf die feuerfeste Unterlage gießen, die zu einem Metallregulus erstarrt.

Der Metallregulus besteht aus Kupfer. Die Oberfläche des Regulus ist oxidiert. Durch starkes Erhitzen und anschließendes Abschrecken in reichlich Ethanol kann diese Oxidschicht beseitigt werden, so dass ein hell kupferfarben-glänzender Metallregulus erhalten wird (Abschnitt 5.4.3, Abbildung 57).

**Versuch 36****Reduktion von Eisenoxid mit Aktivkohlepulver u. gekörnter Aktivkohle****Versuchsdauer:**

ca. 20 Minuten

**Geräte:**

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Tiegelzange, feuerfeste Unterlage, Quarzglasdeckel, Mörser mit Pistill, Magnet

**Chemikalien:**

Eisen(III)-oxid, Aktivkohlepulver, Gekörnte Aktivkohle, konzentrierte Salzsäure (C, ätzend)

**Durchführung:**

5 g Eisen(III)-oxid werden im Mörser mit 1 g Aktivkohlepulver gut verrieben und anschließend mit 3 g gekörnter Aktivkohle vermischt. In den Porzellantiegel des AST-Elements werden zuerst 0,5 g gekörnte Aktivkohle, dann die Eisenoxid-Aktivkohlemischung gegeben. Schließlich wird mit 1 g gekörnter Aktivkohle die Mischung abgedeckt. Der Porzellantiegel wird in das AST-Element gestellt und mit einem Quarzglasdeckel abgedeckt. Das AST-Element wird im Mikrowellenofen 10 Minuten bei 700 Watt geglüht. Mit der Tiegelzange wird das AST-Element anschließend dem Mikrowellenofen entnommen, der Quarzglasdeckel entfernt und der Inhalt des Porzellantiegels auf eine feuerfeste Unterlage geleert.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Neben der Kohle findet sich mehrere runde, matt graue Reguli (Durchmesser ca. 2 – 6 mm), die magnetisch reagieren und mit der konzentrierten Salzsäure nach kurzer Zeit unter Gasentwicklung reagieren.

## Versuch 37 Schmelzen von Kupfer/Zink-Legierungen (Messinge)

### Versuchsdauer:

ca. 20 Minuten

### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Tiegeldeckel aus Quarzglas, Spatel, Tiegelzange, Leder-Schutzhandschuhe, feuerfeste Unterlage, Hammer, Schmiedeunterlage (Amboss),

### Chemikalien:

Kupferpulver, Zinkpulver, gekörnte Aktivkohle

### Durchführung:

Die Anteile an Kupfer und Zink werden nach den Angaben der Tabelle gut gemischt und in den Porzellantiegel des AST-Elements gegeben.

Legierung	Einwaage Kupfer pro Versuchansatz	Einwaage Zink pro Versuchansatz
CuZn20 <i>Rotmessing</i>	8 g	2 g
CuZn40 <i>Gelbmessing</i>	6 g	4 g
CuZn80 * <i>Weißmessing</i>	2 g	8 g

Das Gemenge im Tiegel deckt man mit gekörnter Aktivkohle ab, um das Zink beim Schmelzen vor Oxidation zu schützen und die Schmelze zusätzlich von oben zu heizen. Das Zusammenschmelzen von Kupfer und Zink ist problematisch, da die Siedetemperatur von Zink (906 °C) überschritten und dieses durch Sauerstoff bei Luftzufuhr rasch oxidiert wird. Der Tiegel wird deshalb mit dem Tiegeldeckel verschlossen, bevor das AST-Element in einem *hot spot* im Mikrowellenofen bei maximaler Leistungsstufe bestrahlt wird. Nachdem 10 Minuten geglüht wurde, nimmt man den Tiegel zügig aus dem Ofen, entfernt den Deckel und leert den Inhalt auf eine feuerfeste Unterlage.

### Beobachtungen und Auswertung:

Die Aktivkohle des AST-Elements glüht nach etwa einer halben Minute gleichmäßig auf. Der Tiegel ist nach etwa 2 Minuten rot glühend. Durch den Quarzdeckel beobachtet man eine Rauchentwicklung im Tiegelraum. Diese wird durch

die Bildung von Zinkoxid verursacht. Die Schmelze lässt sich beim Ausgießen leicht von der Aktivkohle neben etwas Schlacke trennen. Man erhält jeweils einen homogenen Metallregulus, der sich gut mit dem Hammer zu einer „Münze“ schmieden lässt.

Die Färbung der Reguli entspricht den Bezeichnungen der Legierungen: *Rotmessing* hat nahezu die Farbe des reinen Kupfermetalls, *Gelbmessing* erscheint goldfarben, *Weißmessing* silbergrau (Abschnitt 5.4.4, Abbildung 59).

**Hinweis:**

Da etwas Zink verdampft und zu Zinkoxid reagiert, entspricht die tatsächliche Zusammensetzung der Kupfer/Zink-Legierung nicht der in der Kurzbezeichnung angegebenen! Dieser Fehler ist im Schulversuch jedoch bedeutungslos.

## Versuch 38 Schmelzen von Kupfer/Zinn-Legierungen (Zinnbronzen)

### Versuchsdauer:

ca. 20 Minuten

### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Deckel aus Quarzglas, Spatel, Tiegelfzange, Leder-Schutzhandschuhe, feuerfeste Unterlage, Hammer, Schmiedeunterlage (Amboss)

### Chemikalien:

Kupferpulver, Zinnpulver, Zinkpulver, Aluminiumpulver, roter Phosphor, (F, leichtentzündlich), gekörnte Aktivkohle

### Durchführung:

Die Anteile der Legierungsbestandteile werden nach den Angaben der Tabelle gut gemischt und in den Porzellantiegel des AST-Elements gegeben.

Legierung	Einwaage pro Versuchsansatz
CuSn20 <i>Glockenbronze</i>	8 g Kupfer, 2 g Zinn
CuSn4Zn1 <i>Münzkupfer</i>	9,5 g Kupfer, 0,4 g Zinn, 0,1 g Zink
CuAl10 <i>Groschenbronze</i>	9 g Kupfer, 1 g Aluminium
CuSn7P1 <i>Phosphorbronze</i>	9,2 g Kupfer, 0,7 g Zinn, 0,1 g Phosphor

Das jeweilige Gemenge wird, wie in Versuch 37 beschrieben, im Tiegel im Mikrowellenofen geschmolzen. Die Schmelzdauer beträgt hier jedoch nur etwa 6 Minuten.

### Beobachtungen und Auswertung:

Die Schmelze der *Glockenbronze* ist gießfähig, der Guss beim Schmieden spröde und brüchig. Die Schmelzprodukte des Ansatzes für *Münzkupfer* und *Groschenbronze* sind beim Entleeren des Tiegels feste, homogene Metallreguli. *Münzkupfer* ist sehr gut, *Groschenbronze* mäßig gut schmiedbar.

Das Gemenge zur Darstellung von *Phosphorbronze* schmilzt zu einem rot- bis bronzefarbenen Regulus zusammen, der sich gut schmieden lässt.

## Versuch 39 Schmelzen von Silber/Kupfer-Legierungen

**Versuchsdauer:**

ca. 20 Minuten

**Geräte:**

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element (s. o.), Spatel, Tiegelzange, Leder-Schutzhandschuhe, feuerfeste Unterlage, Schmiedehammer, Schmiedunterlage (Amboss)

**Chemikalien:**

Silberpulver, Kupferpulver, gekörnte Aktivkohle

**Durchführung:**

Die Anteile der Legierungsbestandteile werden nach den Angaben der Tabelle gut gemischt und in den Porzellantiegel des AST-Elements gegeben.

Legierung	Einwaage pro Versuchsansatz
AgCu10 <i>Münzsilber</i>	9 g Silber, 1 g Kupfer
AgCu20 <i>Geschirrsilber</i>	8 g Silber, 2 g Kupfer

Wie in Versuch 37 beschrieben, wird das jeweilige Gemenge im Tiegel im Mikrowellenofen geschmolzen. Die Schmelzdauer beträgt hier jedoch nur etwa 10 Minuten. Der Tiegel braucht nicht abgedeckt zu werden.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Beide Schmelzen sind gießfähig. Die dargestellten Legierungen sind homogen und sehr gut mit dem Hammer schmiedbar. Während die Legierung AgCu10 hell silberfarben erscheint, ist die Legierung AgCu20 leicht gelbstichig.

## **Versuch 40**

### **Darstellen von Thenards Blau**

#### **Versuchsdauer:**

30 Minuten

#### **Geräte:**

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Tiegelzange, Mörser mit Pistill, Becherglas (100 mL), Heizplatte, Nutsche, Saugflasche, Papierfilter

#### **Chemikalien:**

Kobalt(III)-oxid, (Xn, gesundheitsschädlich), Aluminium(III)-oxid, Kaliumchlorid, halbkonzentrierte Salzsäure, (C, ätzend),  $c(\text{HCl}) = 7,7 \text{ mol/L}$ , destilliertes Wasser

#### **Durchführung:**

1,7 g Kobalt(III)-oxid, und 2,5 g Aluminium(III)-oxid werden im Mörser sorgfältig gemischt. Das Gemenge wird im Tiegel des feuerfesten Elements 5 Minuten bei 800 Watt in der Mikrowelle geglüht. Das AST-Element wird aus dem Mikrowellenofen genommen. Nach kurzem Abkühlen wird das Reaktionsgemenge im Tiegel noch einmal mit dem Spatel sorgfältig gemischt. Nun wird das Gemenge erneut 5 Minuten bei 800 Watt geglüht. Nach dem Abkühlen wird das Produkt aus dem Tiegel entfernt und im Mörser pulverisiert. Das Pulver wird im Becherglas mit ca. 20 ml Salzsäure 5 Minuten gekocht. Nach dem Abkühlen verdünnt man vorsichtig mit ca. 50 ml Wasser und filtriert den Feststoff ab. Der Filtrierückstand wird gewaschen und getrocknet.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Das Reaktionsgemenge ist dunkelgrau. Nach dem Glühen und Mörsern liegt ein tiefblaues, feines Pulver vor, das nach Aufarbeitung mit Salzsäure und Trocknen noch farbintensiver erscheint.



## **Versuch 41**

### **Darstellen von Rinmans Grün**

#### **Versuchsdauer:**

30 Minuten

#### **Geräte:**

Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), AST-Element mit Porzellantiegel, Tiegelzange, Mörser mit Pistill, Becherglas (150 mL), Heizplatte, Nutsche, Saugflasche, Papierfilter

#### **Chemikalien:**

Kobalt(III)-oxid, (Xn, gesundheitsschädlich), Zinkoxid, Kaliumchlorid, halbkonzentrierte Salzsäure, (C, ätzend),  $c(\text{HCl}) = 7,7 \text{ mol/L}$ , Kaliumchlorid, destilliertes Wasser

#### **Durchführung:**

1,5 g Kobalt(III)-oxid, 3,5 g Zinkoxid und 5,0 g Kaliumchlorid werden im Mörser sorgfältig gemischt. 5 g des Gemenges werden im Tiegel des AST-Elements 10 Minuten bei 800 Watt in der Mikrowelle geglüht. Nach dem Abkühlen wird das Produkt aus dem Tiegel entfernt und im Mörser pulverisiert. Das Pulver wird im Becherglas mit ca. 20 ml Salzsäure 5 Minuten gekocht. Nach dem Abkühlen verdünnt man vorsichtig mit ca. 50 ml Wasser und filtriert den Feststoff ab. Der Filterrückstand wird gewaschen und getrocknet.

#### **Beobachtungen und Auswertung:**

Das Reaktionsgemenge ist dunkelgrau. Nach dem Glühen und Mörsern liegt ein grünes, feines Pulver vor, das nach Aufarbeitung mit Salzsäure und Trocknen noch farbintensiver erscheint.

## Versuch 42 Darstellen von „Bologneser Leuchtstein“

### Versuchsdauer:

ca. 20 Minuten

### Geräte:

AST-Element mit Porzellantiegel Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), Tiegelflange, Mörser mit Pistill, Spatel, UV-Lampe

### Chemikalien:

Bariumsulfat, Weizenmehl

### Durchführung:

Im Tiegel des AST-Elements werden 3 g Bariumsulfat mit 5 g Weizenmehl sorgfältig gemischt. Das Gemenge wird 10 Minuten bei 400 Watt im Mikrowellenofen geglüht. Nach dem Abkühlen wird der Tiegelinhalt im Dunkeln unter einer eingeschalteten UV-Lampe ausgebreitet und diese nach einigen Sekunden ausgeschaltet.

### Beobachtungen und Auswertung:

Nach Einschalten der Mikrowelle erfolgt zunächst eine starke Rauchentwicklung im Tiegel, welche durch das verkohlende Weizenmehl verursacht wird. Nach einer Minute glüht der Tiegel gleichmäßig. Die Glühintensität folgt dabei dem Pulsintervall des Magnetrons.

Als Produkt erhält man nach dem Abkühlen einen grau-braunen, porösen Feststoff, der unter dem UV-Licht intensiv orange luminesziert und im Dunkeln einige Sekunden nachleuchtet. Reines Bariumsulfid zeigt keine luminophore Eigenschaft. Spurenanteile von Schwermetallsalzen im Weizenmehl ( $10^{-2}$  %) verursachen als Aktivatoren das Nachleuchten des *Bologneser Leuchtsteins*.

*Hinweis:* Das Glühprodukt kann gemörsert und wiederholt geglüht werden, wodurch sich die Leuchtkraft des Luminophors erhöht.

### **Versuch 43**

#### **Glühen von Calciumsulfat**

**Versuchsdauer:**

ca. 15 Minuten

**Geräte:**

AST-Element mit Porzellantiegel, Haushalts-Mikrowellenofen (800 Watt), Tiegelflange, 2 Reagenzgläser, Spatel

**Chemikalien:**

Calciumsulfat (wasserfrei), destilliertes Wasser, pH-Papier

**Durchführung:**

Der Tiegel des AST-Elements wird zur Hälfte mit Calciumsulfat gefüllt und 10 Minuten bei 600 Watt im Mikrowellenofen gegläht. Nach dem Abkühlen wird das Produkt mit ca. 5 ml destilliertem Wasser im Reagenzglas aufgeschlämmt und der pH-Wert geprüft. Im Vergleich wird der pH-Wert einer Calciumsulfat-Aufschlammung bestimmt.

**Beobachtungen und Auswertung:**

Der Tiegel des AST-Elements glüht nach ca. einer Minute gleichmäßig. Nach dem Abkühlen erhält man ein pulveriges Produkt, das mit Wasser unter Wärmeentwicklung reagiert und eine stark alkalische Aufschlammung ergibt. Filtration führt zu einer klaren Lösung, die sich beim Einleiten von  $\text{CO}_2$  trübt. Die Calciumsulfat-Aufschlammung reagiert dagegen neutral.

Calciumsulfat wurde thermolytisch gespalten, das Reaktionsprodukt ist Calciumoxid, welches sich mit Wasser exotherm zum stark alkalischen Calciumhydroxid umsetzt.

## Versuch 44

### Pyrolyse fester Stoffe am Beispiel der thermischen Zersetzung von Polyethylen (PE)

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 5 Minuten  
Durchführung: : ca. 10 Minuten

#### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (mit Teflonschlauch ausgerüstet), Quarzreagenzglas ( $\varnothing_{\text{innen}} = 17 \text{ mm}$ ,  $h = 180 \text{ mm}$ ), Stopfen mit Bohrung, Gasometer, ausgezogenes Glasrohr, Stahlwolle, Becherglas

#### Chemikalien:

PE-Granulat, gekörnte Aktivkohle, verdünnte Kaliumpermanganat-Lösung (Baeyers Reagens) oder Bromwasser (T, giftig; Xi, reizend)

#### Durchführung:

Gleiche Anteile Aktivkohle und PE-Granulat werden im Becherglas gut gemischt. Das Quarzreagenzglas wird mit dieser Mischung zu einem Viertel gefüllt. Darüber schichtet man bis zur Hälfte der Reagenzglashöhe noch einmal Aktivkohle. Das Quarzreagenzglas wird mit dem Stopfen verschlossen und dieser an den Teflonschlauch im Innenraum des Mikrowellenofens angeschlossen. Das andere Schlauchende, außerhalb des Mikrowellenofens, wird mit dem Gasometer verbunden. Nun wird das Quarzreagenzglas in einem *hot spot* bestrahlt. Das aufgefangene Gas wird auf Brennbarkeit geprüft, indem es über das ausgezogene Glasrohr mit Stahlwollsicherung abgeleitet und an dessen Spitze angezündet wird. Um ungesättigte Verbindungen nachzuweisen, leitet man das Pyrolysegas durch Bromwasser oder sehr verdünnte Kaliumpermanganatlösung (Baeyers Reagens). Steht eine einfache Apparatur zur Gaschromatografie zur Verfügung, lässt sich die Zusammensetzung des Pyrolysegases ermitteln oder zumindest die Zahl der Gaskomponenten überschauen.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Die Aktivkohle beginnt im *hot spot* rasch zu glühen. Das PE-Granulat schmilzt. Im Gasometer sammeln sich in kurzer Zeit einige hundert Milliliter Gas. Wird der Versuch so lange fortgeführt, bis das Gasvolumen im Gasometer nicht weiter zunimmt, verbleiben im Quarzreagenzglas neben der Aktivkohle keine Rückstände. Das aufgefangene Gas lässt sich an der Glasrohrspitze des Gasometers entzünden und brennt mit leuchtender, wenig rußender Flamme ab. Bromwasser und Baeyers Reagens werden von dem Gas entfärbt. Gaschromatografisch stellt sich das Pyro-

lysat als ein Gemisch kurzkettiger Verbindungen dar (siehe Abschnitt 5.5 Diagramm 61).

Nach dem gleichen Verfahren können auch andere Feststoffe, insbesondere weitere Kunststoffe, Altreifengummi, aber auch Steinkohle (hier ohne Zugabe von Aktivkohle), thermisch zersetzt werden.

## Versuch 45

### Pyrolyse flüssiger Verbindungen am Beispiel des Crackens von Erdöl

#### Versuchsdauer:

Vorbereitung: : ca. 5 Minuten  
Durchführung: : ca. 10 Minuten

#### Geräte:

Haushalts-Mikrowellenofen (mit Teflonschlauch ausgerüstet), Quarzreagenzglas ( $\varnothing_{\text{innen}} = 17 \text{ mm}$ ,  $h = 180 \text{ mm}$ ), Stopfen mit Bohrung, Gasometer, ausgezogenes Glasrohr

#### Chemikalien:

Erdöl, gekörnte Aktivkohle, Sand, Glaswolle, Aluminiumfolie, Stahlwolle, Bromwasser (T, giftig; Xi, reizend) oder verdünnte Kaliumpermanganat-Lösung (Baeyers Reagens)

#### Durchführung:

Das Quarzreagenzglas wird etwa 3 cm hoch mit Sand gefüllt und dieser mit dem Erdöl getränkt. Darüber wird 6 cm hoch gekörnte Aktivkohle geschichtet. Etwas Glaswolle deckt die Aktivkohle ab (Abschnitt 5.5, Abbildung 60). Um das Reagenzglas wickelt man Aluminiumfolie bis zur Höhe der Sandschicht. Die Aluminiumfolie soll so verhindern, dass Sand und Erdöl bei der Bestrahlung im Mikrowellenofen zu schnell erhitzt werden. Der Versuch wird nun wie in Versuch 44 beschrieben fortgeführt.

#### Beobachtungen und Auswertung:

Die Aktivkohle beginnt im *hot spot* rasch zu glühen. Das Erdöl verdampft im Quarzreagenzglas; oberhalb der glühenden Aktivkohle kondensiert eine hellgelbe Flüssigkeit und fließt zurück. Im Gasometer sammeln sich in kurzer Zeit einige hundert Milliliter Gas, das sich an der Glasrohspitze entzünden lässt und mit leuchtender, wenig rußender Flamme abbrennt.

Wird der Versuch so lange fortgeführt, bis das Gasvolumen im Gasometer nicht weiter zunimmt, verbleiben im Quarzreagenzglas neben dem Sand und der Aktivkohle keine Rückstände. Bromwasser und Baeyers Reagens von dem Gas entfärbt und es lässt sich gaschromatografisch das Pyrolysat als ein Gemisch kurzketziger Verbindungen darstellen.

Nach dem gleichen Verfahren können auch andere organische Flüssigkeiten thermisch zersetzt werden, insbesondere Ethanol und homologe Alkanole.

## 8 Zusammenfassung und Ausblick

Im Zentrum der vorliegenden Arbeit stand die Umsetzung der Thematik *Ultraschall und Mikrowellenstrahlung als nichtklassische Energieeintragsformen* für den Chemieunterricht an allgemeinbildenden Schulen.

Wesentliches Ziel war es, Möglichkeiten zu finden, wie die physikalischen und physikalisch-chemischen Eigenschaften und Wirkungen dieser nichtklassischen Energieeintragsformen alltags- und lebensweltbezogen im Experimentalunterricht gezeigt und erklärt werden können.

Die Entwicklung von Schulexperimenten und didaktischen Konzepten zum Themengebiet des Energieeintrags durch Ultraschall und Mikrowelle erschien deshalb notwendig, da heute bereits viele Schüler mit diesen Energieeintragsformen im Alltag umgehen oder durch die Medien auf diese aufmerksam werden, ohne nähere Kenntnisse über die Eigenschaften und Wirkungen dieser Energieeintragsformen zu haben. Daraus resultieren häufig falsch begründete Ängste und Vorurteile gegenüber Techniken, die sich des Ultraschalls oder der Mikrowellenstrahlung bedienen.

Es wurden Schulexperimente entwickelt, die mit haushaltsüblichen Geräten und Materialien durchgeführt werden können und unterschiedliche Phänomene des nichtklassischen Energieeintrags demonstrieren. Einige Experimente zeigen dabei sehr überraschende Phänomene und motivieren dadurch im Besonderen zu einer weiteren Beschäftigung mit der Thematik.

Folgende Kernexperimente wurden entwickelt, um die verschiedenen Wirkungen des Ultraschalls und der Mikrowellenstrahlung alltagsbezogen sehr deutlich und eindrucksvoll zu demonstrieren:

- Nachweis der Oberflächenerosion durch Ultraschall
- Homogenisierung von Mehrphasensystemen im Ultraschallfeld
- Sonolumineszenz starker Säuren und Laugen
- Nachweis der Inhomogenität des Strahlungsfeldes im Mikrowellenofen
- Wirkung von Mikrowellenstrahlung auf Metallfilme
- Erwärmungseigenschaften von Flüssigkeiten im Mikrowellenfeld

Bei der Untersuchung der Erwärmungseigenschaften von Stoffen und Stoffsystemen im Mikrowellenofen stellte sich graphitischer Kohlenstoff als hervorragender Mikrowellenszeptor heraus, der in kurzer Zeit auf Temperaturen im Bereich von 1.200 °C bis 1.300 °C erhitzt werden konnte. Daraus ergab sich die Entwicklung einer für das Schulexperiment geeigneten Technik zur Erzeugung

hoher Temperaturen. Die entwickelte AST-Technik ermöglichte es, im Demonstrationsexperiment und Schülerversuch in einem Porzellantiegel Hochtemperaturprozesse und -reaktionen im genannten Temperaturbereich in kurzer Zeit durchzuführen. Die Vorbereitung und Durchführung der Experimente war dabei ohne teuren Materialaufwand und zeitraubenden Arbeitsaufwand möglich.

Die schulexperimentellen Möglichkeiten werden in dem so vielfältigen Gebiet der Hochtemperaturchemie durch die hier vorliegende Arbeit außerordentlich erweitert. Folgende Experimente, die mit der AST-Technik zu hervorragenden Versuchsergebnissen führten, waren bisher im Chemieunterricht nicht, oder nur mit unbefriedigenden Ergebnissen durchführbar:

- Schmelzen von Silikatgläsern
- Schmelzen von Messing- und Bronzelegierungen
- Umschmelzen von Silber
- Darstellung von Kupfer und Eisen durch Reduktion der Metalloxide mit Kohlenstoff
- Darstellung anorganischer Farbpigmente

Die Erwärmungseigenschaften des graphitischen Kohlenstoffs konnten auch zur Optimierung von Pyrolyseexperimenten eingesetzt werden, wobei eine schule geeignete Pyrolyseapparatur für den Haushalts-Mikrowellenofen entwickelt wurde.

Die chemische Forschung beschäftigt sich zu einem großen Teil mit dem Einsatz von Mikrowellenstrahlung für die organische Stoffsynthese. Aus diesem Grund wurden im Rahmen dieser Arbeit Möglichkeiten gesucht, die Vorzüge der Mikrowellenerwärmung bei der organischen Stoffsynthese (zum Beispiel Zeiterparnis und schonende Stoffumsetzung) auch für schulexperimentelle Fragestellungen zu nutzen. Dabei ergaben sich jedoch grundlegende Schwierigkeiten, die der Entwicklung solcher Versuche entgegenstanden. Insbesondere die mangelnde Reproduzierbarkeit der Ergebnisse beim Einsatz von Haushalts-Mikrowellenöfen ist hier zu nennen. Weiterhin war der Einsatz von feuergefährlichen Lösungsmitteln häufig notwendig, jedoch bei Verwendung eines Haushalts-Mikrowellenofens nicht ohne erheblichen technischen Aufwand zulässig.

Die vielfältigen schulexperimentellen Möglichkeiten, die diese Arbeit im Themengebiet des nichtklassischen Energieeintrags eröffnet hat und der Fundus der entwickelten Schulexperimente, wurden im Rahmen von Vorträgen, Schülerprojekten und Lehrerfortbildungen vorgestellt. Dabei zeigte sich schon sehr früh eine große Akzeptanz bei Lehrern und Schülern und ein außerordentliches Interesse, dieses Themengebiet experimentell in den Schulen aufzugreifen. Insbesondere die entwickelte AST-Technik wurde von Schulpraktikern als preiswerte und sehr gut



durchführbare Experimentiertechnik zur Erzeugung hoher Temperaturen anerkannt. Experimentiertage und Projekte die weiterhin zu diesem Themengebiet angeboten wurden, fanden an Schulen großes Interesse.

Bereits die heutige Lebensweltbedeutung des nichtklassischen Energieeintrags durch Ultraschall und Mikrowelle macht dieses Themengebiet zu einem Unterrichtsgegenstand, der von Lehrenden und Lernenden gleichermaßen interessiert aufgenommen wird. In einem praxis- und problemorientierten Chemieunterricht bieten Ultraschall und Mikrowellenstrahlung vielfältige Möglichkeiten, auch fächerübergreifend fachliche Lerninhalte aufzugreifen und in einen Alltagszusammenhang zu stellen.

Das Themengebiet des nichtklassischen Energieeintrags zeigt sich als äußerst fruchtbar für schulexperimentelle Entwicklungen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde bereits ein breiter Fundus an Experimenten vorgestellt, der weiterhin ausbaufähig ist. Besonderes interessant erscheinen dabei folgende Arbeitsthemen:

- Herstellung von Metalllegierungen
- Stoffsynthesen im mikrowelleninduzierten Lichtbogen (z. B. Carbide)
- Darstellung chemischer Prozesse im mikrowelleninduzierten Gasplasma
- Darstellung von Pyrolyseprozessen bei Einsatz verschiedener Mikrowellensenszeptoren
- Organische Stoffsynthesen in Festphasensystemen

Bei allen experimentellen Entwicklungen schränken die verwendeten Geräte die Experimentiermöglichkeiten stark ein. Im Ultraschall-Reinigungsbad sind Experimente zur Sonochemie prinzipiell nicht möglich, da die Schallfrequenz bei diesen Geräten zu niedrig liegt. Der Haushalts-Mikrowellenofen erlaubt keine quantitativ reproduzierbaren Versuchsdurchführungen, da das Mikrowellenfeld in diesen Geräten inhomogen ist und sich zudem ändert.

Sehr erfolgreich verlief die Vorstellung und Einführung der Experimentiermöglichkeiten mit Ultraschall und Mikrowellenstrahlung in Schülerprojekten und Lehrerfortbildungsveranstaltungen. Solche Veranstaltungen sind besonders wertvoll, um das Themengebiet des nichtklassischen Energieeintrags als aktuellen und lebensweltbezogenen Unterrichtsgegenstand in die Schulen zu bringen. Da Schüler und Lehrer diesem Themengebiet sehr interessiert begegnen, sollten auch weiterhin Schülerprojekte und Lehrerfortbildungen angeboten werden.

## 9 Literaturverzeichnis

- [1] PFEIFER, P., LUTZ, B., BADER, H. J. (Hrsg.): Konkrete Fachdidaktik Chemie. Oldenbourg Schulbuchverlag, München 2002
- [2] CHRISTEN, H. R.: Chemieunterricht: gestern, heute, morgen. *Chemkon* 7 (2000) 2, S. 64-68
- [3] DEBOER, G.: "What We Have Learned and Where We are Headed: Lessons Learned from the Sputnik Era." Prepared for the Symposium: "Reflecting on Sputnik: Linking the Past, Present, and Future of Education Reform.", Washington, DC October 1997, S. 193
- [4] KLAFKI, W.: Neue Studien zur Bildungstheorie und Didaktik - zeitgemäße Allgemeinbildung und kritisch-konstruktive Didaktik. 5. Auflage. Beltz, Weinheim 1996, S.194
- [5] Deutsches PISA-Konsortium (Hrsg.): PISA2000, Basiskompetenzen von Schülerinnen und Schülern im internationalen Vergleich. Leske+Budrich, Opladen 2001, S. 191
- [6] DUIT, R., HÄUBLER, P., PRENZEL, M.: Schulleistungen im Bereich der naturwissenschaftlichen Bildung. In: WEINERT, F. E. (Hrsg.): Leistungsmessung in Schulen. Beltz, Weinheim 2001, S. 169-185
- [7] GDCH, FACHGRUPPE CHEMIEUNTERRICHT (Hrsg.): Denkschrift zur Lehrerbildung für den Chemieunterricht der Sekundarstufe II. Frankfurt/Main 1992, S. 3
- [8] MNU/GDCH (Hrsg.): Empfehlungen zur Gestaltung von Chemielehrplänen. Schriftenreihe des deutschen Vereins zur Förderung des mathematischen und naturwissenschaftlichen Unterrichts, Heft 43, Hungen 1989
- [9] BADER, H. J.: Neuere Entwicklungen und Entwicklungstendenzen in der experimentellen Schulchemie. *MNU* 49 (1996) 6, S. 368-372
- [10] SCHARF, V.: Zum Bildungsbeitrag von Experimenten im Chemieunterricht. *Der Chemieunterricht* 15 (1984) 2, S. 13
- [11] BUNDESVERBAND DER UNFALLKASSEN (Hrsg.): Regeln für Sicherheit und Gesundheitsschutz beim Umgang mit Gefahrstoffen im Unterricht. Ausgabe Januar 1998, aktualisierte Fassung Januar 2000, München 2000
- [12] HESSISCHES KULTUSMINISTERIUM: Verordnung über die Aufsicht über Schüler, Anlage 2. Vom 28. März 1985 (ABl. S. 185) - geändert durch VO vom 8. März 1993 (ABl. S. 218) - vom 23. September 1997 (ABl. S. 574; ber. ABl. 1998, S. 106) - und vom 14. September 1998 (ABl. S. 683)

- [13] MELLE, I.: Energie – Einführung eines grundlegenden Begriffs. *PdN-Chemie* **47** (1998) 5, S. 12
- [14] MELLE, I., FLINTJER, B., JANSEN, W.: Chemische Energetik – Neues experimentelles Konzept zur Behandlung in der gymnasialen Oberstufe. *PdN-Chemie* **42** (1993) 2, S. 5
- [15] CONNOR, R.C., PETERSON, D.M.: *The Lives of Whales and Dolphins*. Holt, New York 1994.
- [16] DECKER, J.: Bildungsziele (Ziele) des Chemieunterrichts. In: PFEIFER, P., LUTZ, B., BADER, H. J. (Hrsg.): *Konkrete Fachdidaktik Chemie*. Oldenbourg Schulbuchverlag, München 2002, S.114
- [17] HESSISCHES KULTUSMINISTERIUM (Hrsg.): *Lehrplan Chemie, Gymnasialer Bildungsgang*. Stand 03.06.2002
- [18] FALBE, J., REGITZ, M. (Hrsg.): *Römpp-Chemie Lexikon, „Photochemie“*. Band 4. 9. Auflage. Thieme, Stuttgart 1991
- [19] GLÖCKNER W., JANSEN, W., WEISENHORN, R. G. (Hrsg.): *Handbuch der experimentellen Chemie Sekundarstufe II*. Band 6. Aulis, Köln 1994
- [20] *Römpp-Lexikon-Chemie*. CD-ROM, Version 1.5. Thieme, Stuttgart 1998
- [21] Brockhaus. *Vierter Band FEI-GRE*. 18. Auflage. Brockhaus, Wiesbaden 1978
- [22] FUCHS, E.: *Vergleichende Untersuchungen zur chemischen Wirkung von Ultraschall und  $\gamma$ -Strahlung auf wässrige Kohlenhydratlösungen*. Dissertation, Technische Universität München, Fakultät für Chemie, Biologie und Geowissenschaften. München 1994
- [23] ENSMINGER, D.: *Ultrasonics - The Low- and High-Intensity Applications*. Dekker, New York 1973
- [24] *Ceramtec Piezotechnik*: [www.ceramtec.de](http://www.ceramtec.de) (April 1999)
- [25] HORST, C., CHEN, Y.-S., KUNZ, U., HOFFMANN, U.: *Grundlagen für die Reaktionstechnik, die Auslegung und den Bau von Ultraschallreaktoren*. Kolloquiumsband des SFB 180, 15.-16. Februar 1996.
- [26] PORTENLÄNGER, G.: *Auslösung chemischer Reaktionen in Kohlenhydratlösungen durch Ultraschall und  $\gamma$ -Strahlung*. Dissertation, Technische Universität München, Fakultät für Chemie, Biologie und Geowissenschaften. München 1996
- [27] LORIMER, J.P., MASON, T.J.: Sonochemistry. *Chem. Soc. Rev.* **16** (1987), S. 239-274
- [28] Redaktion: Sonochemie. *Physik in unserer Zeit* **21** (1990) 6, S. 267-268

- [29] CRUM, A.L., ROY, R.A.: Sonoluminescence. *Science* **266** (1994), S. 233f
- [30] KUTTRUFF, H.: Licht aus Schall. *Physik in unserer Zeit* **30** (1999) 1, S. 23-30
- [31] MASON, T.J.: Sonochemistry: theory, applications and uses of ultrasound in chemistry. Horwood, Chichester 1988
- [32] PETERS, D., MIETHCHEN, R.: *J. Prakt. Chem.* **337** (1995), S. 615-627
- [33] PUTTERMAN, S. J.: Sonoluminescence - sound into light. *Scientific American* (Feb. 1995), S. 33-37
- [34] SUSLICK, K. S.: The Chemical Effects of Ultrasound. *Scientific American* (Feb. 1989), S. 62-68
- [35] SUSLICK, K.S.: Sonochemistry. *Science* **247** (1990), S. 1439-1445
- [36] RICHARDS, W. T., LOOMIS, A. L.: The chemical effects of high frequency sound waves. *J. Am. Chem. Soc.* **49** (1927), S. 3086
- [37] RAYLEIGH, Lord, J. W.: *Philos. Mag.* **34** (1917), S.94
- [38] HENGLEIN, A.: Sonochemistry: historical developments and modern aspects. *Ultrasonics* **25** (1987), S. 6-16
- [39] MAKINO, M., MOSSOBA, M. M., RIESZ, P.: *J. Am. Chem. Soc.* **104** (1982), S. 3537-3539
- [40] HENGLEIN, A., GUTIERREZ, M.: *J. Phys. Chem.* **94** (1990), S. 5169-5172
- [41] HENGLEIN, A.: Contributions to various aspects of cavitation chemistry. *Advances in Sonochemistry* (1993), S. 17-83
- [42] FRENZEL, J., SCHULTES, H.: *Z. Phys. Chem.* **27b** (1934), S. 421
- [43] CHAMBERS, L. A.: The Emission of Visible Light from Cavitated Liquids. *J. Chem. Phys.* **5** (1937), S. 290-292
- [44] SUSLICK, K. S., FLINT, E. B.: Sonoluminescence from non-aqueous liquids. *Nature* **330** (1987), S. 553-555
- [45] GAITAN, D. F., et al.: *J. Acoust. Soc. Am.* **91** (1992), S. 3166
- [46] HILGENFELDT, S., GROSSMANN, S., LOHSE, D.: A simple explanation of light emission in sonoluminescence. *Nature* **398** (1999), S. 402-405
- [47] SCHWINGER, J.: *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **90** (1993), S.958
- [48] ZIMAKOV, P. V.: *Compt. Rendus Acad. Sci. U.S.S.R.* **3** (1934), S.450
- [49] CHAMBERS, A. L., GAINES, N.: *J. Cell. and Comp. Physiol.* **1** (1932), S. 451

- [50] Brockhaus ABC Physik: Magnetron. Band 1 A-Ma, 2. Auflage, VEB F. A. Brockhaus Verlag, Leipzig 1989, S.586
- [51] MINGOS, M. P., BAGHURST, D. R.: Applications of Microwave Dielectric Heating Effects to Synthetic Problems in Chemistry, *Chem. Soc. Rev.* **20** (1991), S. 1-47
- [52] TURNER, B. P., URY, M. G., LOVE, W. G.: Sulfur Lamps – Progress in their development. Paper presented at the IES annual meeting, August 1995
- [53] THORNYCROFT, J., BARNABY, S. W.: *Proc. Inst. Civ. Eng.* **67** (1895), S. 122
- [54] „BROCKHAUS“. Elfter Band STAD-VEJ. 18. Auflage. Brockhaus, Wiesbaden 1978.
- [55] HERMANN, G.: Nichtklassische Chemie. *Nachr. Chem. Tech. Lab.* **46** (1998) 10, S. 954-956
- [56] LUCHE, J. L., PETRIER, C., DUPUY, C.: Ultrasound in Organic Synthesis. Preparation and some reactions of colloidal potassium. *Tetrahedron Letters* **25** (1984) 7, S. 753-756
- [57] SCHULTZ, R., HENGLEIN, A.: *Z. Naturforsch.* **8** (1953), S. 8.
- [58] YAMAWAKI, J., SUMI, S., ANDO, T., HANAFUSA, T.: Ultrasonic acceleration of oxidation with solid potassium permanganate. *Chem. Lett.*(1983), S. 379-380
- [59] BOUDJOUK, P., HAN, B. H.: *J. Catal.* **79** (1983), S. 489
- [60] MOULTON, K. J., KORITALA, S., FRANKEL, E. N.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* **60** (1983), S. 1257
- [61] FUENTES, A., SINISTERRA, J.V.: Single electron transfer mechanism of the Cannizzarro Reaction in heterogeneous phase, under ultrasonic conditions. *Tetrahedron Lett.* **27** (1986) 26, S. 2967-2970
- [62] HOFMANN, J.: Nichtklassischer Energieeintrag in der Verfahrenstechnik; „Gestaltung von Ultraschallreaktoren am Beispiel der Behandlung von Problemwässern“. DECHEMA-Regional-Kolloquium Leipzig, Frankfurt am Main 1999
- [63] HOFMANN, J., ONDRUSCHKA, B.: „Möglichkeiten und Grenzen der Reinigung kontaminierter Grundwässer“. 12. DECHEMA-Fachgespräch Umweltschutz. DECHEMA, Frankfurt am Main 1997, S.683-689
- [64] BONRATH, W.: Nichtklassischer Energieeintrag in der Verfahrenstechnik; „Vitaminsynthese mit Mikrowellen und Ultraschall“. DECHEMA-Kolloquium Leipzig (20.04.1999), DECHEMA, Frankfurt/M. 1999

- [65] BANDELIN electronic: Ultraschall im Labor. *Firmenschrift* (522200), Berlin 1998
- [66] SCHIFFMANN, R. F.: Book of Abstracts of the AMPERE Conf., MW and HF Heating 2, Bayreuth 2001
- [67] WILLERT-PORADA, M. (HRSG.): Mikrowelleneinsatz in den Materialwissenschaften und in der Festkörperchemie. Shaker Verlag, Aachen 1998
- [68] H. M. KINGSTON, S.J. HASWELL (Hrsg.), Microwave-Enhanced Chemistry. *American Chemical Society*, Washington DC 1997
- [69] LINDSTRÖM, P., TIERNEY, J., WATHEY, B., WESTMAN, J.: Microwave assisted organic synthesis – a review. *Tetrahedron* **57** (2001), S. 9225 - 9283
- [70] CADDICK, S.: Microwave assisted organic reactions. *Tetrahedron* **51** (1995), S. 10403 - 10432
- [71] Leitgeb, N.: Strahlen, Wellen, Felder: Ursachen und Auswirkungen auf Umwelt und Gesundheit. Thieme, Stuttgart 1990
- [72] BALTES, W.: Lebensmittelchemie. 4. Auflage. Springer, Berlin 1995
- [73] JANSEN, W., RALLE, B., PEPER, R., SCHMIDT, H. J. (Hrsg.): Reaktionskinetik und chemisches Gleichgewicht. Aulis, Köln 1984, S. 111
- [74] HOLLEMAN, A., WIBERG, E.: Lehrbuch der Anorganischen Chemie. 101. Auflage. Walter de Gruyter, Berlin 1995
- [75] EVERS, M.: Sonnenfeuer in der Brühe. *Spiegel* (2002), S. 232 – 233
- [76] BOGDAL, D., PIELICHOWSKI, J., JASKOT, K.: A rapid Williamson synthesis under microwave irradiation in dry media. *Org. Prep. Proc. Int.* **30** (1998), S. 427 - 432
- [77] BEYER, H., WALTER, W.: Lehrbuch der Organischen Chemie. 22. Auflage. Hirzel, Stuttgart 1991, S. 717f
- [78] VILLEMEN, D., HAMMADI, M., HACHEMI, M., BAR, N.: Applications of Microwave in Organic Synthesis. New Modified Microwave Oven for Dry Reaction. *Paper*. Fifth International Conference on Synthetic Organic Chemistry (ECSOC-5) 1.-30. Sept. 2001  
www.mdpi.net (20.08.2004)
- [79] SCHLEIP, A., WIEDERHOLT, E.: Chemie. Hirschgraben, Frankfurt am Main 1980, S. 115
- [80] BLUME, R.: www.dc2.uni-bielefeld.de (20.08.2004)
- [81] KOGELNIK, H. J.: Recycling von Silber aus photographischen Bädern, *PdN-Chemie* **31** (1982), S. 353

- [82] Bukatsch, F., Glöckner, W. (Hrsg.): Experimentelle Schulchemie. Band 2 Anorganische Chemie. Aulis Verlag Deubner, Köln 1975
- [83] BAHNEMANN, R.: Ein neuer Versuch zum Hochofenprozess. *PHYNA* 137/75, Göttingen
- [84] JANDER, G., BLASIUS, E.: Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie. 13. Auflage. Hirzel, Stuttgart 1989
- [85] BADER, H. J., SGOFF, D.: Nur ein wenig Wasser – Unterrichtsvorschläge zum Thema Gips, *NiU-Chemie* 7 (1996) 32, S. 35
- [86] MONDEN, W., G. KOSMANN, G., FICKENFRERICHS, H., PEPPER, R., JANSEN, W.: Pyrolyse von Altreifen. *NiU-P/C* 30 (1982) 6, S. 203-206
- [87] SCHNELLE, H., KUNZE, K., SCHALLIES, M.: Bau einer Demonstrationsapparatur für die Pyrolyse von Altreifen und Kunststoffabfällen. *PdN-Ch.* 6 (1982), S. 170-173
- [88] Schallies, M., Schnelle, H.: Versuche zur Pyrolyse von Kunststoffabfällen und Altreifen, *PdN-Ch.* 7 (1983), S. 202-207
- [89] Ludlow-Palafox, C., Chas, H. A.: Microwave-Induced Pyrolysis of Plastic Wastes. *Ind. Eng. Chem. Res.* 40 (2001), S. 4749-4756
- [90] Wiederholt, E., Behrens, D., Luderich, J.: Gaschromatographische Trennung eines Luft/Erdgas-Gemisches. *NiU-P/C* 35(1987)23, S. 126-129
- [91] EHRENFELD, R.: Zersetzung des Äthylalkohols durch Kohlenstoff, Aluminium und Magnesium bei höheren Temperaturen, *J. Prakt. Chem.* 67 (1903) 2, S. 58
- [92] ADAMS, G. E., BAXENDALE, J. H., SEDGWICK, R. D.: Some radical and molecular yields in the  $\gamma$ -irradiation of some organic liquids. *J. Phys. Chem.* 63 (1959), S. 854-855
- [93] LI, J., KAZAKOV, A., DRYER, F.: Decomposition of ethanol on high pressure. *Int. J. Chem. Kinet.* 12 (2001), S. 859-867
- [94] FICKENFRERICHS, H., JANSEN, W., KENN, M., PEPPER, R., RALLE, B.: Die Ermittlung der Summenformel leicht verdampfender organischer Flüssigkeiten. *PdN-Chemie* 12 (1981), S. 362 - 367
- [95] ASINGER, F., VOGEL, H. H.: Alkane und Cycloalkane. In: Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, Band V/1a (Hrsg.: E. Müller) 4. Aufl., Stuttgart 1970, S. 340-344
- [96] LÜHKEN, A., BADER, H. J.: Hochtemperaturchemie im Haushalts-Mikrowellenofen, *Chemkon* 8 (2001) 1, S. 7-14

- 
- [97] HABELITZ-TKOTZ, W.: Beispiel: Glasherstellung in der Mikrowelle. *Unterricht Chemie* **13** (2002) 70/71, S. 80-81
- [98] NEU, C., MELLE, I.: Die Fortbildung von Chemielehrerinnen und -lehrern. *Chemkon* **5** (1998) 4
- [99] RIESZ, P., BERDAHL, D., CHRISTMAN, C. L.: Free Radical Generation by Ultrasound in Aqueous Solutions. *Environmental Health Perspectives* **64** (1985), S.233-252
- [100] SUSLICK, K. S.: [www.scs.uiuc.edu](http://www.scs.uiuc.edu) (Mai 1999)
- [101] PUESCHNER: [www.pueschner.com](http://www.pueschner.com) (September 2004)
- [102] HAYES, B. L.: Recent Advances in Microwave-Assisted Synthesis. *AldrichimicaActa* **37** (2004) 2, S. 66-76



## Lebenslauf

### Persönliche Angaben

Name	Arnim Lühken
Geburtsdatum	13. März 1974
Geburtsort	Mainz
Familienstand	ledig
Staatsangehörigkeit	deutsch

### Schulbildung

08/80-06/84	Justus von Liebig-Grundschule Wiesbaden
08/84-06/93	Elly-Heuss-Schule Wiesbaden (Gymnasium)
06/93	Erlangung der <b>Allgemeinen Hochschulreife</b> <b>Note:</b> 1,6

### Akademischer Werdegang

10/93-4/96	<b>Studium</b> der Chemie (Diplomstudiengang) Johannes Gutenberg Universität Mainz
10/96-10/99	<b>Studium</b> der Fächer Chemie und Biologie für das Lehramt an Gymnasien Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main
11/99	<b>Erstes Staatsexamen</b> für das Lehramt an Gymnasien für die Fächer Chemie und Biologie  Thema der <b>Examensarbeit:</b> “Von der Lumineszenz der Schwefelsäure bis zur Oxidation von Iodid – Einfache Versuche im Ultraschallbad“  Prüfungsfächer: Anorganische Chemie, Didaktik der Chemie, Botanik, Zoologie, Allgemeine Erziehungswissenschaften  <b>Gesamtnote:</b> „gut“

- 01/97-12/99            Wissenschaftlicher Mitarbeiter ohne Abschluss bei Prof.  
Dr. H. J. Bader  
Institut für Didaktik der Chemie, J. W. Goethe-Universität  
Frankfurt am Main
- 01/00-10/02            Wissenschaftlicher Mitarbeiter (Promotionsstudium) bei  
Prof. Dr. H. J. Bader  
Institut für Didaktik der Chemie, J. W. Goethe-Universität  
Frankfurt am Main
- 11/02-10/04            Unterbrechung der Promotion
- 11/02-10/04            **Studienreferendar** mit den Fächern Chemie und Biologie  
am Studienseminar für Gymnasien in Frankfurt am Main  
und der Wöhlerschule (Gymnasium) in Frankfurt am Main
- 09/04                    **Zweites Staatsexamen** für das Lehramt an Gymnasien für  
die Fächer Chemie und Biologie  
  
**Thema der Pädagogischen Prüfungsarbeit:** Einführung  
in Organische Chemie über das Kunststoff-Recycling in  
der Jahrgangsstufe 10  
  
**Gesamtnote:** „ mit Auszeichnung“ (1,1)
- 11/04                    Fortsetzung der Promotion

### **Wissenschaftliche Auszeichnungen**

- 09/00                    **Manfred und Wolfgang Flad-Preis** der Fachgruppe  
Chemieunterricht der Gesellschaft Deutscher Chemiker
- 03/04                    **4. Preis NaT-Working 2004** der Robert Bosch Stiftung  
für das Projekt „Chemie und Physik in der Haushalts-  
Mikrowellenofen und im Ultraschallbad“

### **Wissenschaftliche Veröffentlichungen**

- A. Wörn, A. Lühken und I. Melle,  
Honig - Chemieunterricht an einem interessanten Lebensmittel,  
PdN-Ch. 6/46. Jg. 1997, 9-16
- H. J. Bader und A. Lühken,  
Spanplatten - Holzwerkstoff mit Know-how,  
NiU-Chemie 10 (1999) Nr. 50, 33-36

- A. Lühken und H. J. Bader,  
Von der Lumineszenz der Schwefelsäure bis zur Oxidation von Iodid -  
Einfache Versuche im Ultraschallbad,  
CHEMKON 6 (1999) Nr. 4, 185-190
- A. Lühken und H. J. Bader,  
Leuchtende Schwefelsäure,  
PdN-Ch. 1/49. Jg. 2000, 39
- H. J. Bader, S. Heuser, A. Lühken,  
Das zweite Leben von CDs,  
PdN-ChiS 7/49. Jg. 2000, 6-8
- A. Lühken und H. J. Bader,  
Hochtemperaturchemie im Haushalts-Mikrowellenofen,  
CHEMKON 8 (2001) Nr. 1, 7-14
- A. Lühken,  
Leuchtende Schwefelsäure.  
In: S. Nick, I. Parchmann, R. Demuth (Hrsg.): Chemisches Feuerwerk.  
Köln: Aulis, 2001
- A. Lühken und H. J. Bader,  
Herstellung von Glas und Email im Mikrowellenofen,  
PdN-ChiS 2/51. Jg. 2002, 41-44
- A. Lühken und H.J. Bader,  
Bronze und Messing aus der Mikrowelle,  
NiU-Chemie 13 (2002) Nr. 72, 30-32
- A. Lühken und H.J. Bader,  
NaT-Working mit Mikrowelle und Ultraschall,  
PdN-ChiS 8/51. Jg. 2002, 28-30
- A. Lühken und H. J. Bader,  
Pyrolyse organischer Stoffe im Haushalts-Mikrowellenofen,  
CHEMKON 10 (2003) Nr. 2, 69-72
- A. Lühken und H. J. Bader,  
Energieeintrag durch Mikrowelle und Ultraschall – Neue Wege zu einer  
nachhaltigen Chemie.  
In: Gesellschaft Deutscher Chemiker (Hrsg.): Green Chemistry – Nach-  
haltigkeit in der Chemie. 1. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim 2003

## Vorträge

- 09/99 A. Lühken, H. J. Bader, *Von der Lumineszenz der Schwefelsäure bis zur Oxidation von Iodid – Einfache Versuche im Ultraschallbad* (Experimentalvortrag)  
16. Fortbildungs- und Vortragstagung, der Fachgruppe Chemieunterricht der Gesellschaft Deutscher Chemiker Heidelberg
- 07/00 A. Lühken, *Chemische Versuche im Mikrowellenherd und Ultraschallbad* (Experimentalvortrag)  
Chemie in Forschung und Unterricht - Regionale Chemielehrerfortbildung  
Hohenheim
- 09/00 A. Lühken, *Einfache Schulversuche im Mikrowellenofen und Ultraschallbad* (Experimentalvortrag)  
Jahres- und Fortbildungstagung MNU-Landesverband Westfalen Dortmund
- 11/00 A. Lühken, H. J. Bader, *Chemie im Ultraschallbad und der Mikrowelle* (Experimentalvortrag)  
47. MNU-Tagung Bezirksgruppe Bremerhaven  
Bremerhaven
- 09/01 A. Lühken, H. J. Bader, *Organische Reaktionen und anorganische Hochtemperaturchemie im Haushalts-Mikrowellenofen – Beispiele neuer experimenteller Möglichkeiten für den Chemieunterricht* (Experimentalvortrag)  
18. Fortbildungs- und Vortragstagung, GDCh Fachgruppe Chemieunterricht  
Würzburg
- 10/01 A. Lühken, *Chemie mit Ultraschall und Mikrowelle* (Experimentalvortrag)  
10. Stuttgarter Chemietage  
Stuttgart
- 11/01 H. J. Bader, A. Lühken, *Hochtemperaturchemie im Haushalts-Mikrowellenofen* (Experimentalvortrag)  
Tag der Offenen Tür, Fachbereich Chemische und Pharmazeutische Wissenschaften, Universität Frankfurt am Main, Frankfurt am Main

- 11/01 H. J. Bader, A. Lühken, *Hochtemperaturchemie im Haushalts-Mikrowellenofen* (Experimentalvortrag)  
GDCh-Kolloquium  
Rostock
- 12/01 A. Lühken, *Mikrowellenassistierte Hochtemperaturchemie für den Experimentalunterricht*  
Fachdidaktik – Kolloquium  
Bonn
- 08/02 A. Lühken, *Das NaT-Working Programm "Chemie und Physik in der Mikrowelle"*  
MNU 31. Hessische Landestagung  
Darmstadt
- 03/03 A. Lühken *Chemie und Physik in der Haushaltsmikrowelle und im Ultraschallbad* (Experimentalvortrag)  
2. NaT-Working-Symposium  
München
- 10/03 A. Lühken, *Der Haushalts-Mikrowellenofen im naturwissenschaftlichen Experimentalunterricht* (Experimentalvortrag)  
MNU Jahres- und Fortbildungstagung Landesverband  
Nordrhein, Köln

### **Poster**

- 09/02 A. Lühken, H. J. Bader, *Chemie und Physik mit nichtklassischen Energieformen - Ein Schülerprojekt im NaT-Working Programm*  
19. Fortbildungs- und Vortragstagung, GDCh Fachgruppe  
Chemieunterricht  
Weingarten
- 03/03 A. Lühken, H. J. Bader, *Das NaT-Working Programm "Chemie und Physik mit Mikrowelle und Ultraschall"*  
2. NaT-Working-Symposium  
München