



Hochschule  
Kaiserslautern  
University of  
Applied Sciences

---

**Bachelor MNT 2**

**Praktikumsskript**

**Grundlagenlabor**

**Chemie**

**WS 2019/20**

Prof. Dr. Monika Saumer

Assistentin: Verena Böttner

## Versuchsinhalte und Organisation

- **Versuchsteil 1:** Versuche zur allgemeinen Chemie, qualitative Bestimmungen und Thermodynamik, Seiten 5-11
- **Versuchsteil 2:** Quantitative Bestimmungen, Seiten 12-14
- **Versuchsteil 3:** Elektrolytische Abscheidung von Metall („Galvanik“), Seite 15-16
- **Gruppeneinteilung, Termine und Räume** siehe gesonderten Aushang
- Bitte pro Gruppe einen **Taschenrechner** und **Lehrbuch Mortimer: Chemie** mitbringen!

## Voraussetzung zur Laborteilnahme

Jeder Studierende muss vorab an den **Sicherheitseinweisungen** teilnehmen:

1. **Allgemeine Sicherheitseinweisung**  
(gleichzeitig für alle; Termin wird per Aushang bekannt gegeben)
2. **Tätigkeitsbezogene Sicherheitseinweisung**  
(zu Beginn der jeweiligen Versuche, durchgeführt vom Betreuer im Labor)  
**Inhalte sind klausurrelevant!**

## Anwesenheit

Die Anwesenheit bei allen Laborversuchen ist verpflichtend. Wenn Sie an einem der Versuche aus zwingenden Gründen (z.B. Krankheit - hierbei ist eine Krankmeldung vorzulegen) nicht teilnehmen können, so benachrichtigen Sie bitte so früh wie möglich Frau Böttner und lassen sich einen Ersatztermin geben.

Kontakt: E-Mail: verena.boettner@hs-kl.de, Tel: 0631/3724 5347

## Antestat

Vor Versuchsbeginn wird ein Antestat durchgeführt, d.h. den Gruppenteilnehmern werden Fragen zu dem Versuchsteil gestellt. Daher ist es zwingend erforderlich, sich anhand der fett gedruckten Stichworte, der Versuchsvorschriften, des Vorlesungsskriptes und ggf. weiterführender Literatur vorab auf die Laborversuche vorzubereiten!

**Nicht vorbereitete Studierende werden vom Versuchsteil ausgeschlossen!**

## Hinweise:

- Das Antestat eines jeweiligen Versuchsteils kann einmalig wiederholt werden. Ein entsprechender Nachholtermin wird vom Versuchsbetreuer bekannt gegeben.
- Das Nichtbestehen aller drei Antestate bedeutet den direkten Ausschluss aus dem Labor.

## Protokolle

Jedes Gruppenmitglied muss ein computergeschriebenes Protokoll zu einem Versuchsteil verfassen und zur Bewertung abgeben. Die Protokolle einer Gruppe müssen unterschiedliche Versuchsteile behandeln.

**Spätester Abgabezeitpunkt: Zwei Wochen nach jeweiligem Versuchsteilende.** Wird das Protokoll nicht rechtzeitig abgegeben, so gilt der Laborversuchsteil als nicht bestanden.

Reichen Sie alle Protokolle bitte per E-Mail bei Frau Böttner ein.

Die Protokolle werden korrigiert und zur Verbesserung an Sie zurückgeschickt. Für die erste Berichtigung wird Ihnen **eine Woche** Zeit eingeräumt. Falls der Bericht den Anforderungen nicht entspricht wird Ihnen nach erneuter Korrektur eine zweite Frist von **drei Tagen** gewährt. Bei verspäteter Abgabe oder ungenügender Berichtigung, gilt das Labor als nicht bestanden.

## Erfolgreiche Laborteilnahme

Für die Laborversuche wird die erfolgreiche Teilnahme bestätigt, wenn die Studierenden:

- die Antestate bestanden haben,
- an allen Laborversuchen aktiv teilgenommen haben,
- ein Protokoll angefertigt haben, was rechtzeitig eingereicht wurde und unten stehenden Anforderungen entspricht.

## Form und Inhalt der Protokolle:

### Jeder Bericht muss formal mindestens folgende Anforderungen erfüllen:

1. Vernünftige Gliederung:

**Deckblatt** (Protokollführer/in, Matrikelnummer, Gruppe, Art und Datum des Versuchs)

**Inhaltsverzeichnis** (Angabe von Kapiteln inkl. Seitenzahlen)

**Inhalt der tätigkeitsbezogenen Sicherheitseinweisung**

**Einleitung** (Zielsetzung)

**Theoretischer Hintergrund**

**Materialien und Methoden** (Auflistung der eingesetzten Materialien und Geräte; kurze Beschreibung des Versuchsaufbaus und Versuchsablaufs mit allen tatsächlich verwendeten Versuchsparametern - Abweichungen zum Skript sind möglich!)

**Ergebnisse**

**Diskussion inklusive Fehleranalyse**

**Literaturverzeichnis** (Quellen nummerieren und Verweis im Fließtext)

2. Blocksatz, Präsens, Sachlichkeit (Vermeiden von Ausdrücken wie „man“, „nun“, „und dann, ...und dann“, „wir“ etc.)
3. Auf Rechtschreibung, Grammatik und Ausdruck achten
4. Die Beantwortung der Fragen aus den Versuchsvorschriften erfolgt knapp, vollständig und richtig an sinnvollen Stellen im Fließtext (nicht die Fragen abschreiben und dann beantworten) ggf. Lehrbücher benutzen, keine Abschrift oder Kopie der Versuchsvorschriften, keine Texte aus Internet oder Lehrbücher kopieren, verwendete Literatur zitieren
5. Nummerierung und zentrierte Darstellung von Gleichungen und Formeln (Formeleditor verwenden)
6. Alle Tabellen, Graphen und Abbildungen müssen vernünftig beschriftet (Achsen, Einheiten), skaliert und nummeriert sein (Verweis im Fließtext)
7. Bei Berechnungen ist immer der komplette Lösungsweg inkl. der Einheiten mitanzugeben
8. Einheitliche Textausrichtung, Textformatierung, Schriftart und Schriftgröße
9. keine handschriftlichen Ergänzungen
10. Angabe von Seitenzahlen, evtl. Kopf- und Fußzeile

# Versuchsteil 1: Versuche zur Allgemeinen Chemie, Qualitative Bestimmungen und Thermodynamik (Quali)

## V1a Oxidation und Reduktion

Stichworte: Redoxreaktion, Oxidationszahlen, Katalysatoren

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzglashalter, Tropfpipetten

Reagenzien: Zinkpulver (Zn), Salzsäure (HCl, 1:1 verd), Kupfersulfat (CuSO<sub>4</sub>), Jod (I<sub>2</sub>)-Kaliumjodid (KI)-Lösung (I<sub>2</sub>KI)

Versuchsdurchführung (Darstellung von Wasserstoff):

In einem Reagenzglas wird zu 2-3 Spatelspitzen Zinkpulver 1-2 ml verdünnte Salzsäure zugegeben.

- Welches Gas entsteht? Reaktionsgleichung!

Falls die Gasentwicklung zu langsam ist, setzen Sie einen Tropfen Kupfersulfatlösung hinzu.

- Welche Wirkungsweise hat sie? Reaktionsgleichung!

Tropfen Sie zu dieser Lösung tropfenweise Jod-Kaliumjodid-Lösung (I<sub>2</sub>-KI; eine Lösung von Jod in Kaliumjodid) bis die Lösung gelbbraun ist. Lassen Sie die Lösung einige Zeit stehen.

- Was stellen Sie fest? Erklärung, Reaktionsgleichung!

Entsorgung: Chemieabwasser

## V1b Verschiebung des chemischen Gleichgewichts

Stichworte: Massenwirkungsgesetz, schwache und starke Säuren und Basen, pH-Indikatoren

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzhalter, Tropfpipetten

Reagenzien: Essigsäure ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) mit  $c = 0,1 \text{ mol/L}$ , Natriumacetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ), Methylorange

Versuchsdurchführung:

2-3 Tropfen verdünnte Essigsäure ( $0,1 \text{ mol/L}$ ) werden mit etwa 2 ml Wasser versetzt. Dazu geben Sie einen Tropfen Methylorange als Indikator.

- Welche Farbe tritt auf?

Fügen Sie nun tropfenweise gesättigte Natriumacetatlösung hinzu.

- Was stellen Sie fest? Erklärung des Versuches (Mengenverhältnis beachten)!

Entsorgung: Chemieabwasser

## V1c Pufferlösungen

Stichworte: Pufferlösungen, Wirkung von Puffern, Henderson-Hasselbach-Gleichung

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzhalter, Tropfpipetten

Reagenzien: Natronlauge (NaOH) mit  $c = 2 \text{ mol/L}$ , Essigsäure ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) mit  $c = 2 \text{ mol/L}$ , Natriumacetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) mit  $c = 2 \text{ mol/L}$ , Salzsäure mit  $c = 2 \text{ mol/L}$ , Methylorange, Phenolphthalein

Versuchsdurchführung:

Füllen Sie zwei Reagenzgläser mit je 2 ml Essigsäure ( $c = 2 \text{ mol/L}$ ) und 2 ml Natriumacetatlösung ( $c = 2 \text{ mol/L}$ ). Sie erhalten je eine Pufferlösung.

Füllen Sie zwei weitere Reagenzgläser mit je 4 ml Wasser.

**(Sie haben nun insgesamt 4 Reagenzgläser vorbereitet!!)**

Geben Sie zu je einem "Wasser-Reagenzglas" und einem "Puffer-Reagenzglas" 2 Tropfen Methylorange hinzu.

- Welche Farben treten auf?

Das "Wasser-Reagenzglas" mit Methylorange und das "Puffer-Reagenzglas" mit Methylorange werden mit 1 Tropfen Salzsäure ( $c = 2 \text{ mol/L}$ ) versetzt.

- Welche Farben treten auf?

Wiederholen Sie dasselbe mit den anderen beiden Reagenzgläsern, verwenden Sie jedoch als Indikator Phenolphthalein und geben Sie statt Salzsäure Natronlauge ( $c = 2 \text{ mol/L}$ ) zu.

- Welche Farben treten auf?
- Schlagen Sie die Umschlagbereiche der verwendeten Indikatoren in einem Lehrbuch der Chemie nach und erklären Sie den Versuch!

Entsorgung: Chemieabwasser

## V1d Anionen-Nachweisreaktionen

Stichworte: Löslichkeitsprodukt, Komplexverbindung, Reaktion von Ammoniak als Base

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzlashalter, Tropfpipetten

### Chlorid:

Reagenzien: Natriumchlorid-Lösung (NaCl), Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>), Silbernitrat (AgNO<sub>3</sub>), Ammoniak-Lösung (NH<sub>3</sub>)

Versuchsdurchführung:

Stellen Sie in einem Reagenzglas eine verdünnte, wässrige Natriumchloridlösung selbst her, indem Sie eine Spatelspitze NaCl in ca. 2 ml Wasser auflösen. Fügen sie 1 Tropfen Salpetersäure und dann 1-2 Tropfen Silbernitratlösung hinzu.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Geben Sie dann zu dem Niederschlag im Reagenzglas Ammoniak-Lösung dazu.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Geben Sie zur Lösung wieder Salpetersäure.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Entsorgung: saure Probe → silberhaltige Abfälle

### Sulfat:

Reagenzien: Natriumsulfat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), Salzsäure (HCl; Mischungsverhältnis 1:1), Bariumchlorid (BaCl<sub>2</sub>)

Versuchsdurchführung:

Versetzen Sie eine selbst hergestellte verdünnte, wässrige Natriumsulfatlösung (Vorgehensweise zur Herstellung der Lösung: siehe Chloridnachweis) zuerst mit 1 Tropfen Salzsäure(1:1 verd) und dann mit Bariumchlorid.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Entsorgung: getrennt sammeln! Barium-Abfälle



## Nitrat: (Ringprobe)

Reagenzien: Kaliumnitrat ( $\text{KNO}_3$ ), Eisensulfat ( $\text{FeSO}_4$ ), Schwefelsäure konz. ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

Versuchsdurchführung:

Zu 2 ml einer selbst hergestellten, verdünnten, wässrigen Kaliumnitratlösung geben Sie 2 ml einer frisch bereiteten Eisensulfatlösung hinzu. Unterschichten Sie vorsichtig mit 1 mL konz. Schwefelsäure, indem Sie das Reagenzglas schräg halten und die Schwefelsäure an der inneren Wandung langsam herunterfließen lassen. **Nicht schütteln!!**

An der Berührungsstelle beider Flüssigkeiten entsteht ein brauner Ring von Eisennitrosylsulfat  $[\text{FeNO}(\text{H}_2\text{O})_5]\text{SO}_4$ .

Erklärung:  $\text{KNO}_3$  wird zunächst durch  $\text{FeSO}_4$  zu  $\text{NO}$  reduziert, wobei  $\text{Fe}^{2+}$  zu  $\text{Fe}^{3+}$  oxidiert wird. Das  $\text{NO}$  lagert sich an überschüssiges  $\text{Fe}^{2+}$  an.

- Reaktionsgleichungen! Wie heißt der entstandene Komplex nach den Nomenklaturregeln?

Entsorgung: Chemieabwasser

## V1e Kationen-Nachweisreaktionen

Stichworte: **Komplexverbindung, Chelatkomplexe, Extraktion**

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzglashalter, Tropfpipetten

### Eisen (III) als Fe(SCN)<sub>3</sub>:

Chemikalien: Eisen(III)-Chlorid-Lösung (FeCl<sub>3</sub>) , Ammoniumthiocyanat (NH<sub>4</sub>SCN), 1-Pentanol = n-Amylalkohol (H<sub>3</sub>C-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>OH)

Versuchsdurchführung:

Geben Sie in ein Reagenzglas 2 Tropfen der schwach salzsauren FeCl<sub>3</sub>-Lösung. Diese wird mit 2 Tropfen der Ammoniumthiocyanat-Lösung (c = 1 mol/l) versetzt, mit ca. 2 ml DI-Wasser aufgefüllt und geschüttelt bis die Lösungen sich vermischt haben. Ca. 3 ml Pentanol **vorsichtig** zugeben. Was passiert? Danach das Reagenzglas erneut schütteln, hierdurch wird der rote Komplex aus der wässrigen Phase extrahiert.

- Reaktionsgleichung!
- Welchen Zweck erfüllt das Ausschütteln mit Pentanol?

Störungen: Co<sup>2+</sup>, Mo<sup>3+</sup>, einige Anionen

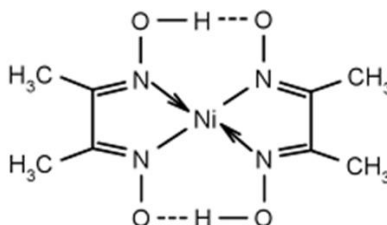
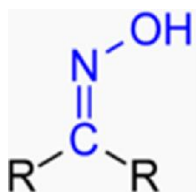
Entsorgung: Pentanol → halogenfreie Lösemittelabfälle  
wässrige Lösung → Chemieabwasser

### Nickel mit Diacetyldioxim (= Dimethylglyoxim):

Chemikalien: Ni-haltige Probelösung, gesättigte Lösung von Diacetyldioxim in 96%igem Alkohol (DMG)

Versuchsdurchführung:

Geben Sie in ein Reagenzglas 2 ml Wasser, dieses wird mit 2 Tropfen Nickel-Lösung versetzt. Hierzu geben Sie 1 Tropfen Diacetyldioxim-Lösung (vgl. Abb. 1). Es bildet sich ein roter Niederschlag.



**Abbildung 1:** Allgemeine Oximstruktur (links) und Ni-Diacetyldioxim-Grenzstruktur (rechts).

- Was ist ein Chelatkomplex? Nennen Sie noch 2 andere Chelatkomplexe!

Störungen: Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>

Entsorgung: halogenfreie Lösungsmittelabfälle

## V1f Thermodynamik

Stichworte: Reaktionsenthalpie, exotherme und endotherme Reaktion

### Exotherme Reaktion

Geräte: 250 ml Becherglas, Thermometer, Glasstab, Löffel

Chemikalien: Brandkalk (CaO), destilliertes Wasser

Versuchsdurchführung: **Bitte diesen Versuch im Abzug durchführen!**

In einem Becherglas ca. 80 g CaO einwiegen. Das Thermometer mittig in das CaO-Pulver stellen und vorsichtig 25 ml destilliertes Wasser am Thermometer hinunter laufen lassen.

- Beobachtung (Temperatur, Volumen, Dampfbildung, pH-Wert) (eventuell pH-Wert mit pH-Papier überprüfen!)
- Reaktionsgleichung
- Erklärung

Entsorgung: wird vom Betreuer entsorgt

### Endotherme Reaktion

Geräte: 200 ml Becherglas, Thermometer, Glasstab, Holzbrett

Chemikalien: Bariumhydroxid ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ ), Ammoniumthiocyanat ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ )

Versuchsdurchführung:

15 g Bariumhydroxid werden mit 5 g Ammoniumthiocyanat in dem Becherglas eingewogen und dieses auf ein nasses Holzbrett gestellt. Danach mit dem Thermometer gut vermischen.

- Beobachtung (Temperatur, Geruch...)
- $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O} (\text{s}) + 2\text{NH}_4\text{SCN} (\text{s}) \rightarrow \text{Ba}(\text{SCN})_2 (\text{s}) + 2\text{NH}_3 (\text{g}) + 10\text{H}_2\text{O} (\text{l})$
- Erklärung

Entsorgung: getrennt sammeln, Bariumabfälle

## Versuchsteil 2: Quantitative Bestimmungen (Quanti)

### V2a Titrationsen

Stichworte: pH-Wert, starke / schwache Säure / Base, Indikator, Titrationskurve, Äquivalenzpunkt, Pufferlösung, Henderson-Hasselbalch-Gleichung, Titer

Geräte: Magnetrührer, Rührfisch, Erlenmeyerkolben, Vollpipette, Pipettierball ("Peleusball"), Bürette, kleiner Glastrichter

Chemikalien: Natronlauge  $c = 0,1 \text{ mol/L}$  oder  $0,2 \text{ mol/L}$ , pH-Indikatoren: Methylorange, Methylrot, Phenolphthalein, Salzsäure (Probelösung), Essigsäure (Probelösung)

#### Titration einer starken Säure mit einer starken Base:

Probelösung: Salzsäure unbekannter Konzentration

Titrationlösung: Natronlauge mit  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$

pH-Indikator: zur Verfügung stehen: Methylorange, Methylrot, Phenolphthalein, Bromkresolpurpur, Bromthymolblau

- Welcher pH-Indikator eignet sich für die Titration, welcher nicht, warum?

Versuchsdurchführung:

Füllen Sie die Bürette mit der Natronlauge auf. Geben Sie genau 20 ml der Probelösung in den Erlenmeyerkolben (mit Rührfisch). Füllen Sie mit deionisiertem Wasser bis ca. 100 ml auf und geben Sie 1-2 Tropfen eines geeigneten Farbindikators dazu.

Geben Sie nun tropfenweise unter Rühren die Natronlauge aus der Bürette in die Probelösung bis zum Farbumschlag und lesen sie das zugegebene Volumen ab.

Vergleichen sie ihr Ergebnis mit einer zweiten Titration mit einem anderen Indikator.

- Welche Konzentration an Salzsäure hat die Probelösung?
- Berechnen Sie den pH-Wert, den die Probelösung hatte bei Zugabe von 10 ml der Natronlauge?

#### Titration einer schwachen Säure mit einer starken Base

Probelösung: Essigsäure unbekannter Konzentration

Titrationlösung und Versuchsdurchführung: siehe oben

- Welcher pH-Indikator eignet sich für die Titration, welcher nicht, warum?
- Welche Konzentration an Essigsäure hat die Probelösung?
- Berechnen Sie den pH-Wert, den die Probelösung hatte bei Zugabe von 10 ml der Natronlauge?

Entsorgung: Entfernen Sie zuerst den Rührfisch mit einem Magnetstab!!  
Chemieabwasser

### **Allgemeiner Hinweis zu Titrationsen:**

Bei der Angabe der Ergebnisse (Konzentrationen) ist immer der Fehler mitanzugeben:

z.B.:  $c=0,12\text{mol/l} \pm 0,01\text{mol/l}$

Der Fehler ergibt sich aus dem Ablesefehler und dem volumetrischen Fehler (Bürette, Pipette). Das Ergebnis ist mit dem Sollwert zu vergleichen! Liegt das Ergebnis innerhalb der Fehlergrenzen? Woran liegt es, wenn das Ergebnis stark abweicht?

## V2b Potentiometrie

### pH-Glaselektrode zur indirekten Bestimmung von CO<sub>2</sub>

Stichworte: Dissoziation von Kohlensäure, pH-Elektrode, pH-Wert

Geräte: pH-Glaselektrode und Messgerät, Stativ mit Muffe und Klammer, 500 mL Becherglas, Apparatur zur Herstellung von Kohlendioxid (Dreihalskolben, Stopfen, Tropfflasche, Kunststoffschlauch, Klemmen, Magnetrührer, Rührfisch)

Reagenzien:

Calciumcarbonat (CaCO<sub>3</sub>), verdünnte Salzsäure (HCl : Wasser 1:1), Pufferlösungen zum Kalibrieren der pH-Elektrode

Versuchsdurchführung:

Zur Vorbereitung des Versuches kalibrieren Sie zuerst das pH-Meter (siehe Gerätebeschreibung). Notieren Sie die Werte der Nullpunktverschiebung (ASY) und der Kennliniensteigung (SLO) der pH-Elektrode.

- Erklären Sie die chemisch-physikalischen Vorgänge an der Glaselektrode!
- Welche Gleichung liegt der Messung zugrunde?
- Was ist die eigentliche Messgröße des "pH-Meters" und wie ermittelt man daraus den pH-Wert?
- Warum muss vor der Messung kalibriert werden?
- Fertigen Sie anhand der bereitgestellten Geräte- und Materialienliste sowie der nachfolgenden Beschreibung eine Skizze des Versuchsaufbaus an!

Füllen Sie in ein Becherglas etwa 400 mL Leitungswasser und lösen darin einen Teelöffel NaCl auf. Geben Sie in den Dreihalskolben einen Rührfisch und füllen Sie das pulverförmige Calciumcarbonat bis zur Markierung ein. Bauen Sie die Apparatur nach Ihrer angefertigten Skizze auf. Füllen Sie 100 mL der verdünnten Salzsäure in die geschlossene Tropfflasche. Messen Sie den pH-Wert des Wassers und notieren Sie den Ausgangswert. Die Salzsäure wird nun tropfenweise in den Dreihalskolben gegeben. Das entstehende Kohlendioxid wird mit Hilfe eines Kunststoffschlauchs in das Becherglas eingeleitet. Notieren Sie den pH-Wert in 10 mL-Schritten bis der pH-Wert konstant bleibt (erste Stelle nach dem Komma).

- Stellen Sie die dazugehörigen chemischen Reaktionsgleichungen auf (Reaktion im Kolben, Reaktion im Becherglas)!
- Welchen Zweck erfüllt das NaCl?
- Berechnen Sie die Konzentration der Kohlensäure in mol/L und in g/L! (Berücksichtigen Sie nur die erste Dissoziationsstufe der Kohlensäure)
- Vergleichen Sie den letzten Messwert der pH-Messung mit einem geeigneten Literaturwert und begründen Sie mögliche Abweichungen!
- Welchen Einfluss hat der Messfehler, der vom Messgerät ausgeht, auf das Ergebnis?

Entsorgung und Reinigung:

**Entfernen Sie zunächst den Rührfisch aus dem Dreihalskolben mit Hilfe eines Magnetstabes!!** Geben Sie die stark verdünnte Lösung in das Chemieabwasser und reinigen Sie die Geräte mit Wasser.

## Versuchsteil 3: Elektrolytische Abscheidung von Metall („Galvanik“)

Stichworte:

**Reduktion, Oxidation, Kathode, Anode, Faraday-Gesetz, Wasserstoffabscheidung, Stromausbeute, "Makrobadewanne", Gold-Sulfit-Komplex**

Geräte: Gold-Galvanik ( $(\text{NH}_4)_3[\text{Au}(\text{SO}_3)_2]$ ), Digitalmultimeter, Mikroskop, Tastschnittgerät

Material: leitfähiges Substrat, metallischer Kontaktstreifen, Lineal, Galvanikklebeband, Schere

Aufgabenstellung:

Ziel ist es, eine rechteckige Goldschicht mit einer definierten Höhe von 5  $\mu\text{m}$  auf einer Glasplatte mit Goldbeschichtung mittels Gleichstromelektrolyse abzuscheiden.

Versuchsdurchführung:

1. Wiegen Sie das Substrat mit Hilfe der Analysewaage (4 Nachkommastellen!!) zur späteren Bestimmung der Abscheidungsmenge und der Stromausbeute!
2. Befestigen Sie zur Kontaktierung das Goldplättchen mittels Kupferband an das Kupferplättchen des Substrathalters!
3. Kleben Sie den Kontaktierungsbereich mittels Galvanikband ab!
4. Bestimmen Sie mit dem Lineal die Galvanikstartfläche!
5. Berechnen Sie mittels Gleichung (1) die Stromstärke  $I$ , die benötigt wird, wenn eine Stromdichte von 0.2 A/dm<sup>2</sup> vorausgesetzt wird:

$$i = \frac{I}{A}, \quad (1)$$

wobei:  $i$ : Stromdichte und  $A$  die Fläche der Galvanikstartschicht ist.

6. Berechnen Sie mit Hilfe des Faraday'schen Gesetzes (2) die Zeit  $t$ , die Sie benötigen, um eine Schichtdicke von 5  $\mu\text{m}$  zu erzeugen:

$$m = \frac{M \cdot I \cdot t}{z \cdot F} \quad (2)$$

wobei  $m$ : abgeschiedene Masse,  $M$ : molare Masse ( $M_{\text{Au}} = 196.97 \text{ g/mol}$ ),  $z$ : Ladungszahl ( $z_{\text{Au}} = 1$ ) und  $F$ : Faradaykonstante (96485 As/mol) ist.

Hinweis: Für die Berechnung wird folgender Zusammenhang (3) benötigt:

$$\rho = \frac{m}{A \cdot h}, \quad (3)$$

wobei  $\rho$ : Dichte ( $\rho_{\text{Au}} = 19.30 \text{ g/cm}^3$ ) und  $h$ : Höhe der abgeschiedenen Schicht ist.

7. Bestimmen Sie mittels Gleichung (4) die Ladungsmenge Q, die benötigt wird, um obige Strukturen zu erzeugen:

$$Q = I \cdot t. \quad (4)$$

8. Überprüfen Sie die Leitfähigkeit mittels Digitalmultimeter!
9. Geben Sie 5 mL Glanzzusatz zu der Galvaniklösung!
10. Stellen Sie den zuvor berechneten Strom ein!
11. Hängen Sie den Substrathalter **parallel** zum Anodengitter in den Elektrolyten rein.  
Anschluss: rot – Anodengitter, blau/weiß – Substrathalter
12. Überprüfen Sie die Rührgeschwindigkeit (Stufe 1) und starten Sie den Prozess!
13. Fertigen Sie eine Skizze von der Anlage an! Stellen Sie die chemischen Reaktionsgleichungen für die (inerte!) Anode und Kathode auf! Berechne Sie die erwartete Massenzunahme mit Hilfe von Gleichung (3).
14. Nach Prozessende entnehmen Sie das Substrat und spülen dieses sofort gründlich mit DI-Wasser! Anschließend blasen Sie mit der Stickstoffpistole das Substrat vollständig trocken. Entfernen Sie vorsichtig die Kontaktierung und das Klebeband!
15. Regeln Sie die Temperatur des Galvanikbades wieder herunter und schalten Sie den Potentiostaten wieder aus!
16. Wiegen Sie zur Bestimmung der Abscheidungs- und der Stromausbeute die trockene Probe erneut mit der Analysewaage (4 Nachkommastellen!!). Berechnen Sie mithilfe der berechneten (soll) und der bestimmten (ist) Abscheidungs- und Stromausbeute wie folgt und geben Sie diese als % an:

$$\frac{m_{ist}}{m_{soll}} \quad (5)$$

17. Beurteilen Sie die Abscheidung makroskopisch und mikroskopisch (Glanz, Homogenität, Oberflächenstruktur...): **Notieren Sie die aufgetretenen Fehler (Stromausbeute, Bläschenbildung,...!!!) und versuchen Sie die Ursachen zu erklären.**
18. Untersuchen Sie den Randbereich mittels Tastschnittgerät (Dektak):  
**Ist eine Makrobadewanne sichtbar?**

#### Weiterführende Literatur:

Praktische Galvanotechnik, Lehr- und Handbuch. Leuze Verlag, Saulgau, 1997.  
MicroChemicals, Broschüre Mikro-Galvanik, 2014.