



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT

# **Nachhaltigkeit auf Eisen-Basis – Redox-Flow-Akkumulator und elektrochromes Glas**

**MERCK**












*Juniorlabor*  
Merck // TU Darmstadt



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT



<b>Redox-Flow-Modellversuch</b>		
Stoff: Natriumthiocyanat Symbol: NaSCN	H: 302+312+332, 318, H412, EUH032 P: 216, 280, 301+312+330, 305+351+338+310	 
Stoff: Eisen(III)-chlorid Symbol: FeCl <sub>3</sub>	H: 302, 315, 3018 P: 208, 301+312+330, 302+352, 305+351+338+310	 
Stoff: Eisen(II)-sulfat-heptahydrat Symbol: FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	H: 302, 315, 319 P: 280, 305+351+338, 332+313	
Stoff: Zink(II)-sulfat-heptahydrat Symbol: ZnSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	H: 302, 315, 410 P: 270, 273, 280, 305+351+338, 310	  
Stoff: Zink Symbol: Zn		
<b>Sicherheitshinweise:</b>		
Tragen eines Laborkittels, einer Schutzbrille und Handschuhen		
<b>Entsorgung:</b>		
NaSCN                      Schwermetalllösungsabfall		
FeCl <sub>3</sub> Schwermetalllösungsabfall		
FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O              Schwermetalllösungsabfall		
ZnSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O              Schwermetalllösungsabfall		
Zinkblech                kann nach Reinigung mit Schmirgelpapier wiederverwendet werden.		
<b>Literaturquellen:</b>		
<a href="https://gestis.dguv.de/">https://gestis.dguv.de/</a>		
<a href="https://www.carlroth.com/">https://www.carlroth.com/</a>		

---

## 1. Einführung

---

### 1.1 Hintergrund

Im Rahmen der Energiewende werden fossile Brennstoffe durch erneuerbare Energien wie Wasserkraft, Solar- und Windenergie ersetzt. Dadurch steigt der Anteil des Stroms aus diesen schwankenden Energiequellen, die nicht jederzeit verfügbar sind. Für eine stabile Energieversorgung ist es jedoch entscheidend, stets eine relativ konstante Leistung bereitstellen zu können. Zuverlässige Energiespeichersysteme sind daher wichtig, um überschüssige Energie bei hoher Stromerzeugung und gleichzeitig geringem Verbrauch zu speichern. Eine vieldiskutierte Möglichkeit in der Wissenschaft sind Redox-Flow-Batterien. Bei diesen stationären Speichersysteme stehen weniger hohe Energie- und Ladungsdichten oder kompakte Bauweisen im Vordergrund, sondern vielmehr hohe Zuverlässigkeit, Langlebigkeit, Zyklenstabilität (also die Funktionstüchtigkeit der Batterie auch nach vielen Lade- und Entladezyklen) sowie niedrige Investitions- und Betriebskosten. Aufgrund ihrer unabhängigen Skalierbarkeit von Energie und Leistung, ihrem modularen Aufbau, bei dem Komponenten leicht ausgetauscht werden können, und ihren kostengünstigen Speichermedien eignen sich Redox-Flow-Batterien besonders gut für großflächige Energiespeicherung. Sie könnten entscheidend zum Erfolg der Energiewende beitragen.



### Infotext Hybrid-Flow Akkumulatoren

Ein Hybrid-Flow-Akkumulator ist eine innovative Energiespeichertechnologie, die Merkmale von verschiedenen Energiespeichersystemen kombiniert, insbesondere von herkömmlichen Flow-Batterien und anderen Energiespeichertechnologien. Hier sind einige wesentliche Merkmale und Funktionsweisen eines Hybrid-Flow-Akkumulators:

1. **Kombination von Technologien:** Ein Hybrid-Flow-Akkumulator integriert typischerweise Elemente aus verschiedenen Energiespeichersystemen, wie z.B. Festkörperbatterien und Redox-Flow-Batterien, um die Vorteile beider Systeme zu nutzen und ihre jeweiligen Nachteile zu minimieren.
2. **Redox-Flow-Prinzip:** Ähnlich wie bei Redox-Flow-Batterien verwendet der Hybrid-Flow-Akkumulator flüssige Elektrolyte, die chemische Energie in Form

von Redox-Paaren speichern. Diese Elektrolyte zirkulieren durch eine elektrochemische Zelle, wo die Energieumwandlung stattfindet.

3. **Festkörperkomponenten:** Zusätzlich zu den flüssigen Elektrolyten können Hybrid-Flow-Akkumulatoren Festkörperkomponenten oder -elektroden enthalten, die zur Verbesserung der Energiedichte, der Lade- und Entladeeffizienz sowie der Gesamtstabilität des Systems beitragen.

#### **Vorteile:**

- Hohe Energiedichte: Durch die Kombination von Festkörper- und Fließelementen kann die Energiedichte erhöht werden.
- Flexibilität und Skalierbarkeit: Wie bei traditionellen Flow-Batterien kann die Kapazität eines Hybrid-Flow-Akkumulators leicht durch die Größe der Tanks für die flüssigen Elektrolyte skaliert werden.
- Lange Lebensdauer: Hybrid-Flow-Akkumulatoren haben typischerweise eine längere Lebensdauer und können viele Lade- und Entladezyklen durchlaufen, ohne signifikant an Leistung zu verlieren.

**Anwendungen:** Hybrid-Flow-Akkumulatoren können in verschiedenen Bereichen eingesetzt werden, wie z.B. zur Speicherung erneuerbarer Energien (z.B. Solar- und Windenergie), in Netzstabilisierungsanwendungen und in industriellen Prozessen, die eine zuverlässige und skalierbare Energiespeicherlösung erfordern.






Insgesamt stellt der Hybrid-Flow-Akkumulator eine vielversprechende Technologie dar, die das Potenzial hat, die Effizienz und Leistung von Energiespeichersystemen erheblich zu verbessern.

## 2. Vorversuch

### Geräte

Petrischalen, destilliertes Wasser, Spatel, Glasstab

### Chemikalien

Chemikalie	Summenformel	Molare Masse	Gefahrenhinweis
Natriumthiocyanat	NaSCN	81 g/mol	 
Eisen(III)-chlorid	FeCl <sub>3</sub>	162 g/mol	 
Eisen(II)-sulfat	FeSO <sub>4</sub> · 7 H <sub>2</sub> O	278 g/mol	

### Durchführung

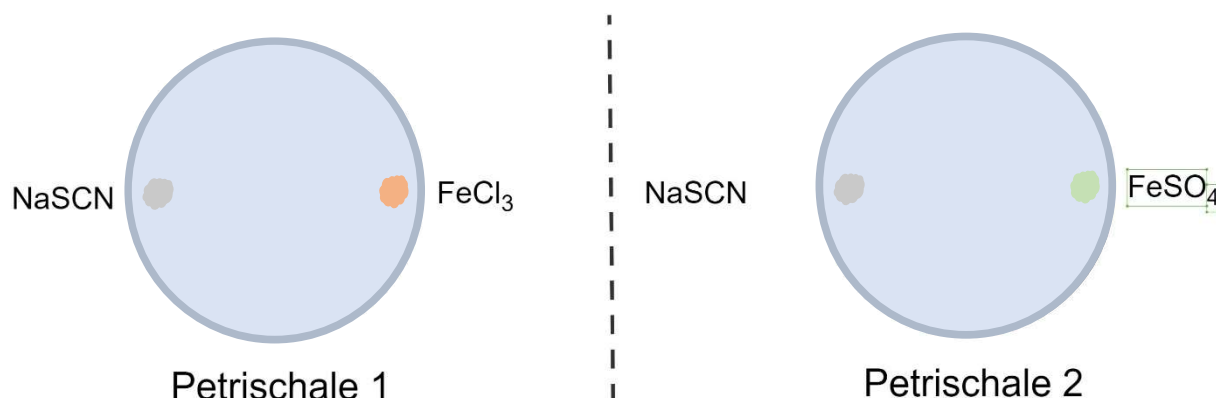


Abbildung 1: Vorversuch

- Zwei Petrischalen werden jeweils mit destilliertem Wasser befüllt.
- In gegenüberliegenden Enden der Petrischalen wird jeweils eine Spatelspitze der jeweiligen Chemikalie gegeben (siehe Abbildung).
  - Petrischale 1: Natriumthiocyanat (NaSCN) und Eisen(III)-chlorid (FeCl<sub>3</sub>)
  - Petrischale 2: Natriumthiocyanat (NaSCN) und Eisen(II)-sulfat (FeSO<sub>4</sub>)
- Nach einer deutlich sichtbaren Veränderung wird die Lösung mit einem Glasstab durchmischt.

### Auswertung

Formel	Eisen(III)	Eisen(II)	Farbe	Name
<b>[Fe(SCN)<sub>6</sub>]<sup>3-</sup></b>				
<b>Fe<sup>2+</sup> + SCN<sup>-</sup></b>				

<b>1. Petrischale</b>	<b>2. Petrischale</b>
NaSCN + FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O (in H <sub>2</sub> O)	NaSCN + FeCl <sub>3</sub> (in H <sub>2</sub> O)
<b>Beobachtung:</b>	<b>Beobachtung</b>
<div style="border: 1px solid black; height: 400px; width: 100%;"></div>	<div style="border: 1px solid black; height: 400px; width: 100%;"></div>

### 3. Modell eines Energiespeichers nach dem Redox-Flow-Prinzip







#### Hintergrund

In diesem Versuch wird ein Eisen-basierter Hybrid-Flow-Akkumulator gebaut. Im Gegensatz zur herkömmlichen Redox-Flow-Batterie, bei der alle beteiligten Verbindungen in einem Lösungsmittel gelöst sind, liegt eines der elektroaktiven Materialien (hier: Zink) als Feststoff innerhalb des Systems vor.

#### Geräte

60 mL-Spritze, Graphitfilz, Nagel, Zange, Bleistiftmiene, 2x Luer-Lock-Adapter (f/f), 2x Schlauch, Parafilm, 2x Krokodilklemmen, Stativmaterial, Panzertape, Voltmeter, Spannungsquelle, 2x Verbindungskabel, 250 mL Becherglas, Elektrorotor

#### Chemikalien

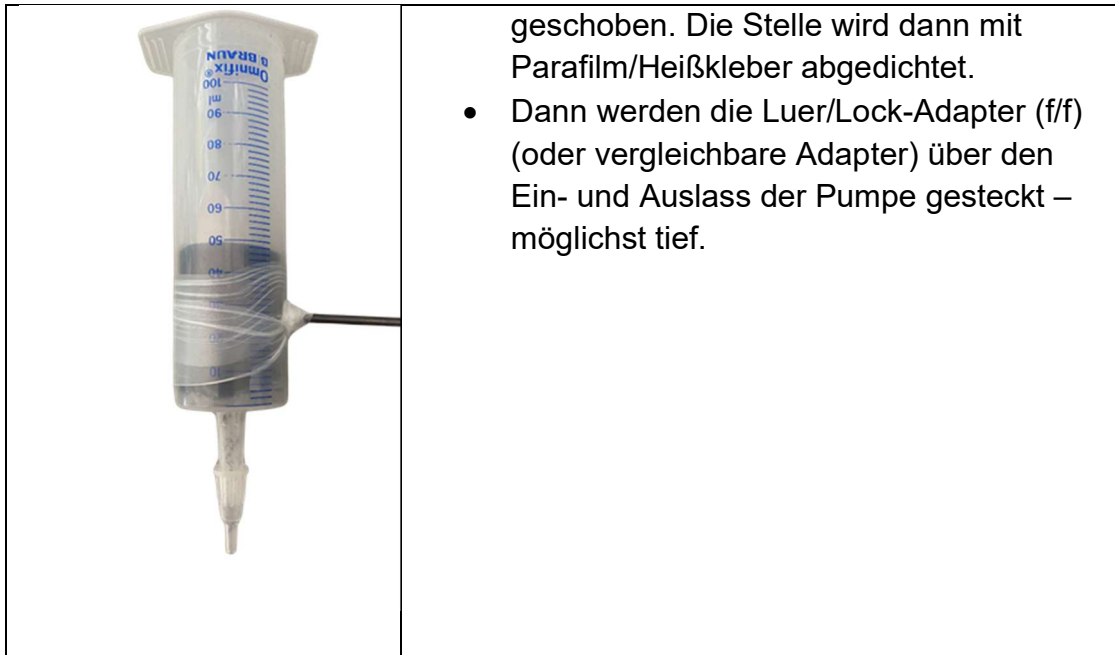
Chemikalie	Summenformel	Molare Masse	Gefahrenhinweis
Zink	Zn	65 g/mol	
Eisen(II)-sulfat	$\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$	278 g/mol	
Natriumthiocyanat	NaSCN	81 g/mol	 
Zink(II)-sulfat	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$	288 g/mol	  

#### Durchführung

- Eine 60 ml-Spritze (oder größer) wurde bereits vorbereitet (siehe Kasten links) und steht für den Versuch zur Verfügung.

	<p><b>Vorbereitung der Spritze (nur zur Information)</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Als erstes wird der Graphitfilz eng und längs zusammengerollt. Dann wird die Graphitfilz-Rolle mit Hilfe eines Spritzenstempels in die 60 mL (oder 100 mL) Spritze gedrückt.</li> <li>• Danach wird der Nagel mit der Zange gehalten und für einige Zeit an der Spitze erhitzt. Sobald der Nagel heiß ist, wird damit ein Loch in die 15 mL-Markierung der Spritze gestochen.</li> <li>• Anschließend wird durch das Loch vorsichtig (!) eine Bleistiftmiene</li> </ul>
--	---





- Die folgende Abbildung gibt den schematischen Aufbau vor.

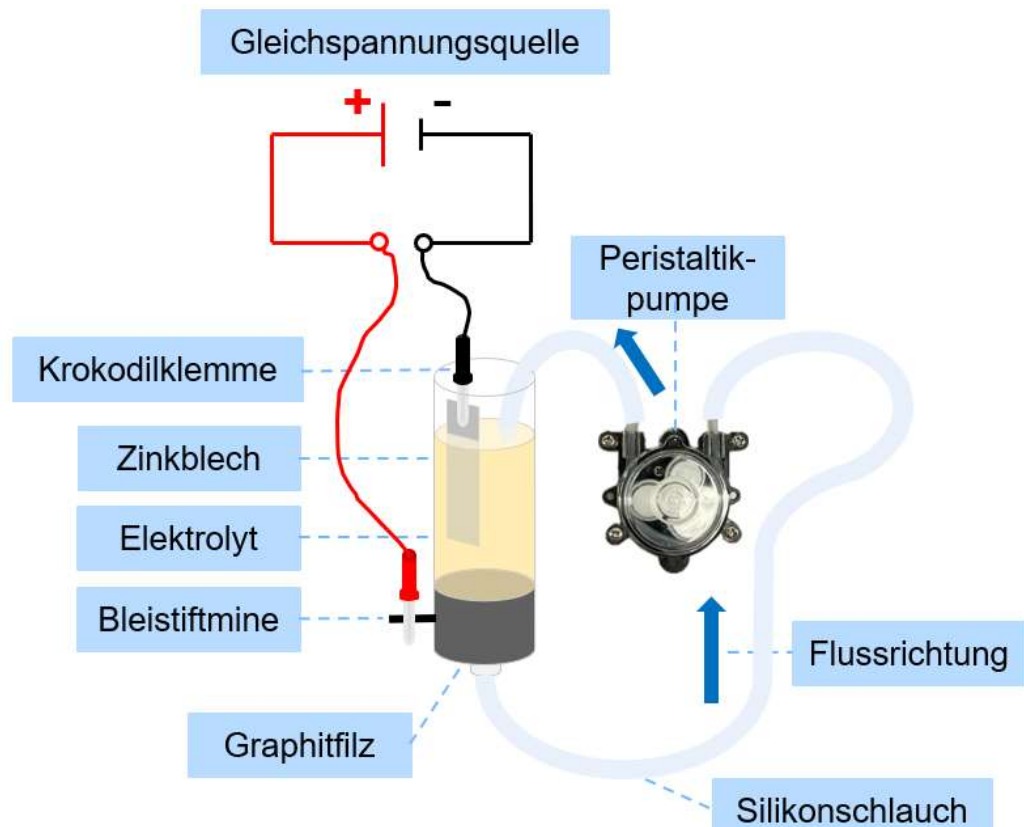
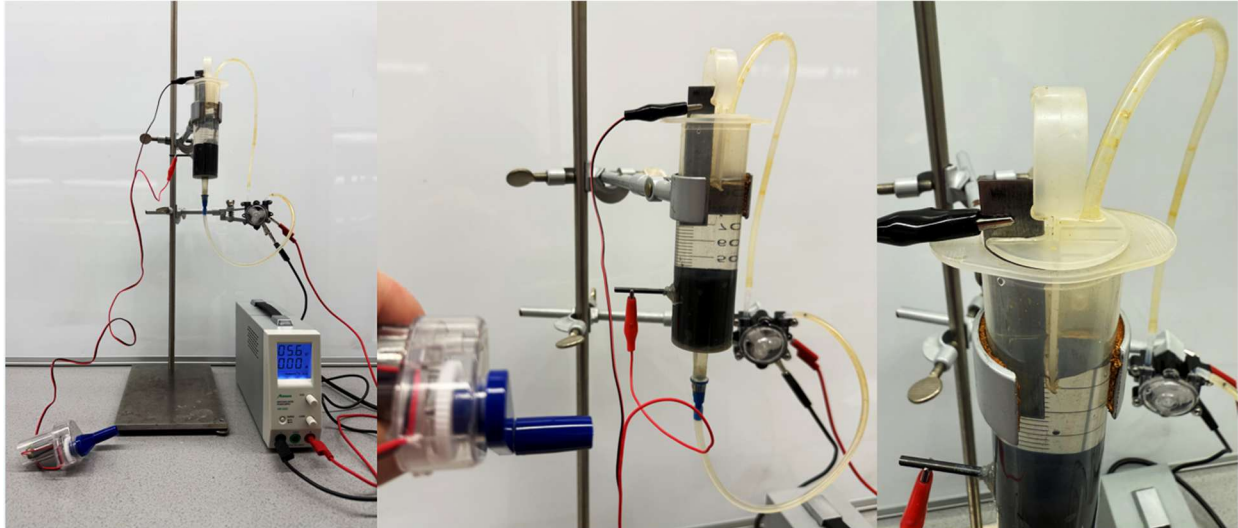
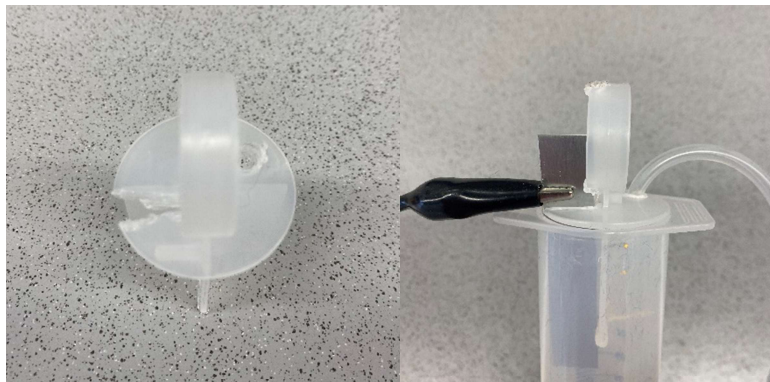


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus



*Abbildung 3 Versuchsaufbau*

Zur einfacheren Befestigung von Schlauch und Elektrode oben in der Spritze steht folgende aus dem Stempel der Spritze gebaute Hilfskonstruktion zur Verfügung (nur für die 100 ml-Spritzen):



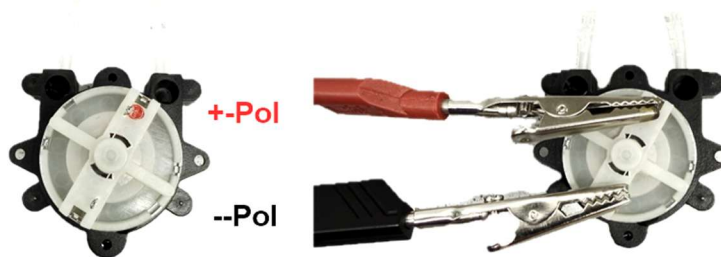
*Abbildung 4: Halterung für Schlauch und Elektrode*

- **Befestigung des Energiespeichers**

- Die Spritze und die Pumpe werden an einem Stativ befestigt.
- Die Silikonschläuche werden an die Pumpe angeschlossen.
- Ein Schlauch wird unten an der Spritze befestigt, der andere Schlauch wird oben in die Spritze hineingehängt (bzw. in durch das Loch vom Stempel geführt, siehe Abb. 3).
- Nun wird das Zinkblech oberhalb des Graphitfilzes mit einer Krokodilklemme befestigt (und durch den Schlitz im Stempel gesteckt, siehe Abb.3). **Achtung:** das Zinkblech und der Graphitfilz dürfen sich nicht berühren!

- **Befüllen mit Elektrolyt und Beginnen des Pumpvorgangs**

- Die Pumpe wird an die Spannungsquelle angeschlossen.



**Nur zur Information** (Elektrolytlösung steht fertig bereit):

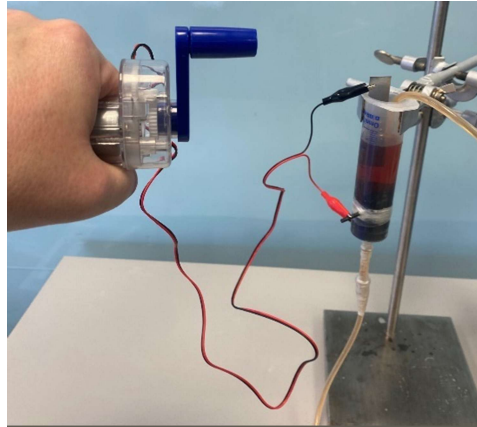
Herstellung der 0,1 molaren  $\text{Fe}^{2+}$ - Elektrolytlösung:

- In ein 250 mL Becherglas werden 2,78 g Eisen(II)-sulfat gegeben.
- Anschließend wird 1 g Natriumthiocyanat hinzugegeben.
- Dann werden noch 2,88 g Zink(II)-sulfat hinzugefügt.
- Die Mischung im Becherglas wird mit einigen Tropfen destilliertem Zuletz wird mit destilliertem Wasser bis zur 100 mL-Eichmarke aufgefüllt

- Die Spritze wird erst mit wenig Elektrolyt-Lösung befüllt und die Pumpe angeschaltet (ca. 5-6 V). Dabei soll vom unteren Ende der Spritze die Flüssigkeit angesaugt werden. Ist dies nicht der Fall, wird umgepolt.
- Wenn der Elektrolyt zirkuliert, kann die Spannung der Pumpe niedriger geregelt werden (ca. 4-5 V) und der restliche Elektrolyt (ca. 80 – 90 ml, das Zinkblech muss darin eintauchen) eingefüllt werden.

- **Aufladen des Energiespeichers**

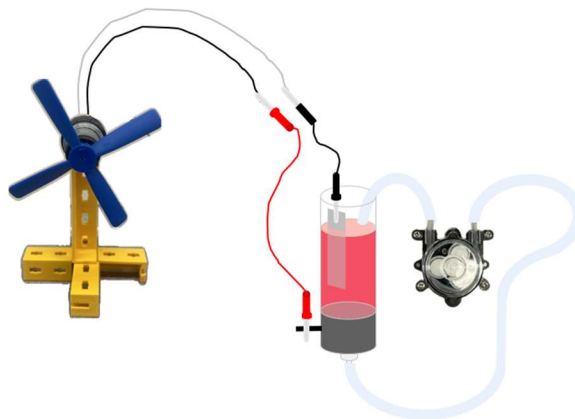
Variante 1 (Gleichspannungsquelle)	Variante 2 (Handdynamo)
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Die Bleistiftmine wird an den Pluspol und das Zinkblech an den Minuspol der Gleichspannungsquelle angeschlossen.</li> <li>• Das Gleichspannungsgerät wird angeschaltet und eine Spannung von 5 V sowie eine Stromstärke von 0,4 A eingestellt.</li> <li>• Die Batterie wird für 30 s geladen.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Der Handdynamo wird mit dem roten Kabel an die Bleistiftmine und mit dem schwarzen Kabel am Zinkblech angeschlossen (siehe Abbildung).</li> <li>• Es wird im Uhrzeigersinn gekurbelt, bis sich die Lösung dunkelrot färbt.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Nun kann ein Verbraucher angeschlossen werden (Entladen des Energiespeichers), z.B. ein Propeller.</li> </ul>	



*Abbildung 5: Aufbau mit Handdynamo*

- **Entladen des Energiespeichers**

- Die Verbindungskabel des Energiespeichers werden von der Spannungsquelle abgenommen und mit dem Propeller (Verbraucher) verbunden.



- **Der Auf- und Entladevorgang soll mehrfach wiederholt werden.**
- **Abbau und Entsorgung**
  - **Nach Beenden des Versuchs sollte der Aufbau gründlich mit destilliertem Wasser gespült werden.** Dazu wird zunächst die Spritze (in ein Becherglas) leergepumpt und mehrfach mit destilliertem Wasser befüllt und erneut leergepumpt, bis nur noch klares Wasser aus dem Schlauch kommt. Der Elektrolyt und die Spülflüssigkeit werden in den **Schwermetallabfall** entsorgt.
  - Die leergepumpte Spritze kann mit Graphitfilz und Bleistiftmine für zukünftige Versuche gelagert werden.
  - Das Zinkblech wird mit destilliertem Wasser gespült und mit einem Papiertuch getrocknet (und vor einer erneuten Anwendung ggf. mit Schmirgelpapier behandelt).

## Beobachtung

Laden:

---

---

---

---

Entladen:

---

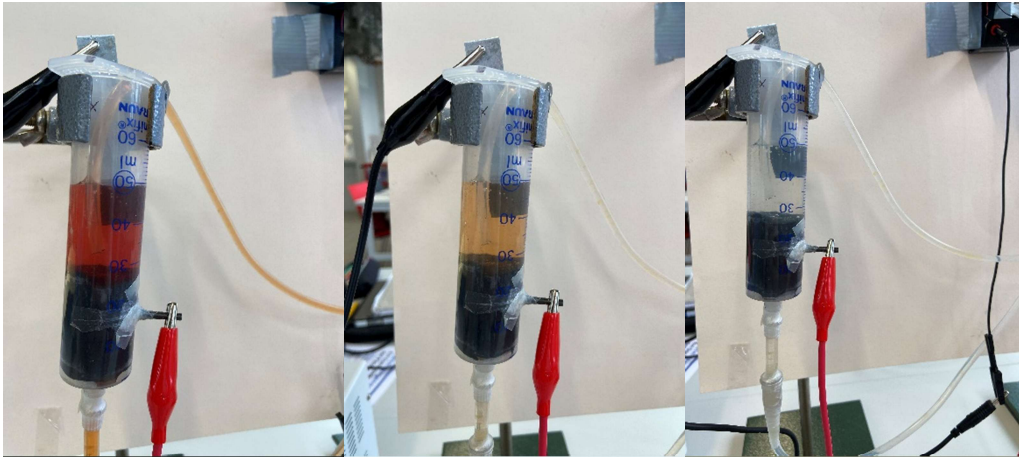
---

---

---

## Erklärung/Interpretation

Entladen: (Verbraucher angeschlossen)



Aufladen: (Gleichspannungsquelle an Bleistiftmine und Zinkblech angeschlossen)




#### 4. Smart Windows

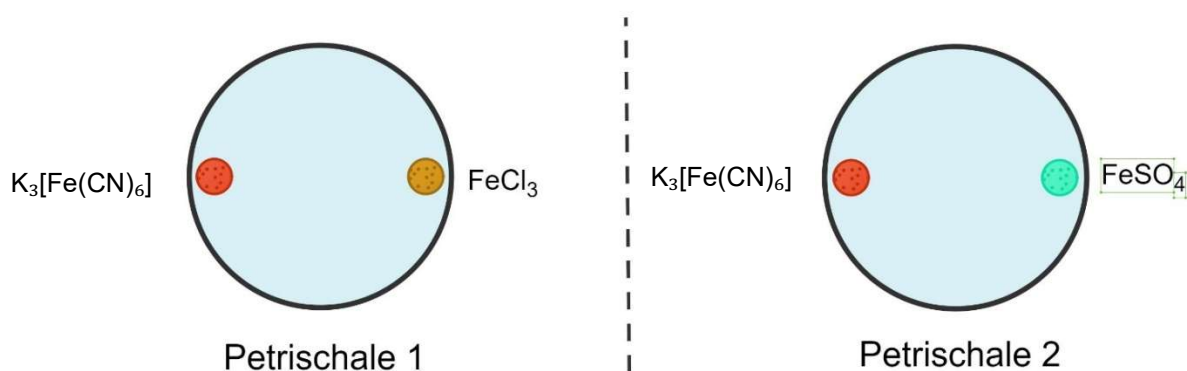
Smart Windows, auch intelligente Fenster genannt, sind eine innovative Lösung für energieeffiziente Gebäude. Sie passen sich dynamisch an wechselnde Lichtverhältnisse an und regulieren Wärme- und Lichtdurchlässigkeit, was den Energieverbrauch für Heizung und Kühlung deutlich senken kann. Ein besonderes Material, das in diesem Bereich verwendet wird, ist Berliner Blau – ein tiefblaues Pigment, das auf elektrochromen Eigenschaften basiert. Berliner Blau kann bei Spannungsanwendung seine Farbe ändern, wodurch die Transparenz des Fensters steuerbar wird. Diese Technologie ermöglicht eine nachhaltige Steuerung des Innenraumklimas und unterstützt so die Reduzierung von CO<sub>2</sub>-Emissionen in Gebäuden.

#### 5. Vorversuch

##### Geräte und Chemikalien

Petrischalen, destilliertes Wasser, Spatel, Glasstab

Chemikalie	Summenformel	Molare Masse	Gefahrenhinweis
Kaliumhexacyanidoferrat(III)	$K_3[Fe(CN)_6]$	330 g/mol	-
Eisen(III)-chlorid	$FeCl_3$	270 g/mol (Hexahydrat)	 
Eisen(II)-sulfat	$FeSO_4$	278 g/mol (Heptahydrat)	
<b>Entsorgung:</b>		Schwermetallabfall	



##### Durchführung

- Zwei Petrischalen werden jeweils mit destilliertem Wasser befüllt.
- In gegenüberliegenden Enden der Petrischalen wird jeweils eine Spatelspitze der jeweiligen Chemikalie gegeben (siehe Abbildung).
  - Petrischale 1: Kaliumhexacyanidoferrat(III) und Eisen(III)-chlorid



- Petrischale 2: Kaliumhexacyanidoferrat(III) und Eisen(II)-sulfat
- Nach einer deutlich sichtbaren Veränderung wird die Lösung mit einem Glasstab durchmischt.

### Beobachtung

---



---



---

### Auswertung




Formel	Eisen(III)	Eisen(II)	Farbe	Name
$\text{Fe}^{\text{III}}[\text{Fe}^{\text{III}}(\text{CN})_6]$				
$\text{Fe}^{\text{III}}[\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6]$				



## 6. Elektrochromes Schalten von Berliner Blau

### Geräte und Chemikalien

Bechergläser, Spannungsquelle, Verbindungskabel, Krokodilklemmen, Graphitfolie, FTO-Glas, Magnetrührer, destilliertes Wasser

Chemikalie	Summenformel	Molare Masse	Gefahrenhinweis
Kaliumhexacyanido-ferrat(III)	$K_3[Fe(CN)_6]$	330 g/mol	-
Eisen(III)-nitrat	$Fe(NO_3)_3$ (Nonahydrat)	404 g/mol	 
Kaliumnitrat	$KNO_3$	101 g/mol	

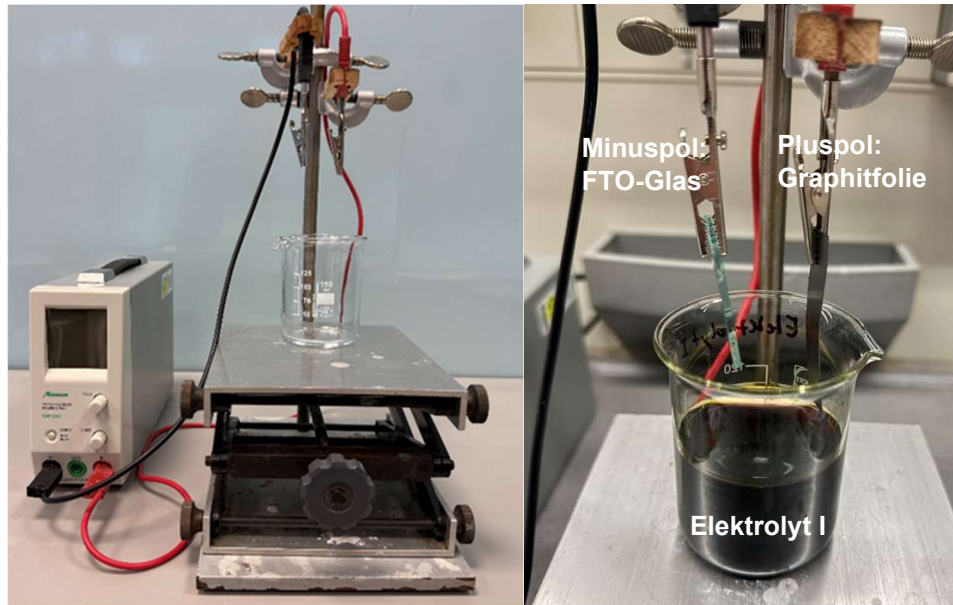
### Durchführung

**Die Elektrolytlösungen vom Eisenblechversuch können weiterverwendet werden.**

- **Herstellen der Elektrolytlösung I:**
  - Es stehen bereit:
    - 0,1 molare Eisen(III)-nitrat-Lösung
    - 0,1 molare Kaliumhexacyanidoferrat(III)-Lösung
  - Jeweils etwa 20 mL der beiden Lösungen werden in ein zuvor beschriftetes (**Elektrolyt I**) Becherglas (150 mL) geben und vermischt.
  - Die Mischung wird mit destilliertem Wasser auf 100 mL aufgefüllt.
- **Vorbereiten von Elektrolytlösung II:**
  - Ein zuvor beschriftetes 150 ml-Becherglas wird etwa zur Hälfte mit **Elektrolytlösung II** (0,1 molare Kaliumnitratlösung, steht bereit) gefüllt.
- **Vorbereiten von FTO-Glas und Aceton**
  - Graphitfolie und FTO-Glas werden mit Aceton oder destilliertem Wasser sorgfältig gereinigt.

- **Abscheidung**

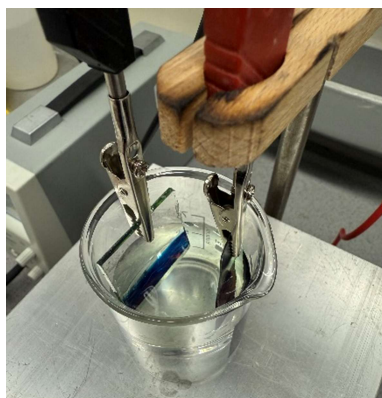
- Der Aufbau erfolgt wie auf der Abbildung:



- Die Graphitfolie wird als Elektrode an den Pluspol der Spannungsquelle angeschlossen.
- Das FTO-Glas wird als Elektrode an den Minuspol der Spannungsquelle angeschlossen.
- Beide Elektroden werden durch Hochfahren der Hebebühne in die **Elektrolytlösung I** getaucht. Es wird eine Spannung von ca. 0,5 V für mindestens 180 Sekunden angelegt. Beobachte genau!

- **Elektrochromes Schalten**

- Die Graphitfolie wird als Elektrode an den Pluspol der Spannungsquelle angeschlossen.
- Das FTO-Glas wird als Elektrode an den Minuspol der Spannungsquelle angeschlossen.
- Beide Elektroden werden in die **Elektrolytlösung II** getaucht. Es wird eine Spannung von ca. 1,7 V angelegt.



- In einem nächsten Schritt werden die Elektroden durch Tauschen der Kabel an der Spannungsquelle umgepolt. Anschließend wird erneut eine Spannung von ca. 0,5 V angelegt.

### Beobachtung

---

---

---

### Warum funktioniert das elektrochrome Schalten auch mit FTO-Glas?

---

---

---

### Auswertung