

### Hydratstufen des Magnesiumsulfates

• $\text{MgSO}_4$	Anhydrat	metastabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$	Kieserit	stabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 1.25\text{H}_2\text{O}$	1.25-Hydrat	metastabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Sanderit	metastabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Trihydrat	metastabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Starkeyit	metastabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Pentahydrat	metastabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Hexahydrat	stabil
• $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Epsomit	stabil

**Tab. 1: Fällung und Trocknung von Magnesiumsulfaten ohne Porenraum**

T (°C)	Vorgang	Identifizierte Phasen	stabile Phase
60	Kristallisation aus der Lösung, Heißfiltration	Epsomit	Hexahydrat
100	Kristallisation aus der Lösung, Trocknung	1 Tag     Trihydrat 8 Tagen     Trihydrat, 1.25-Hydrat und Kieserit 16 Tagen     1.25-Hydrat und Kieserit	Kieserit
160	Trocknung von Epsomit	1.25 Hydrat bei Gewichtskonstanz (Restwassergehalt aus der Massenbilanz 1.4)	Kieserit
200	Trocknung von Epsomit	39 Tage     Kieserit (Restwassergehalt aus der Massenbilanz 0.7)	Kieserit

**Tab. 2: Trocknung von Magnesiumsulfatgetränkten G5-Fritten**

T (°C)	Identifizierte Phasen		stabile Phase
RT	7 Tage	Epsomit	Epsomit
60	5 Tage	Epsomit	Hexahydrat
100	6 Tag	Dihydrat, Trihydrat, Hexahydrat, Epsomit	Kieserit
	13 Tagen	Trihydrat, 1.25-Hydrat	
	23 Tagen	1.25-Hydrat	
200	1 Tag	Trihydrat, wenig 1.25 Hydrat und Kieserit	Kieserit
	4 Tagen	1.25-Hydrat, wenig Trihydrat	
	25 Tage	Kieserit oder 1.25 Hydrat ev. Anhydrat	

Die folgenden Tabellen beziehen sich jeweils auf einen Versuch, der in der Feuchtkammer des Röntgendiffraktometers durchgeführt worden ist. Die Zeit gibt an wie lange die relative Luftfeuchte bei dem in der Tabelle angegebenen Wert gehalten wurde. Nach dieser Konditionierung wurde ein Diffraktogramm aufgenommen und anschließend habe ich die relative Luftfeuchte in einem Schritt auf den in der nächsten Zeile angegebenen Wert erhöht. Dies gilt nicht für die Feuchten in Tabelle 3 bei denen Gradient angegeben ist. Hier habe ich von 40% r.F. (Zeile 3 Tabelle3) beginnend die relative Luftfeuchte nach 2 h um 1% erhöht. Vor der Erhöhung habe ich jeweils ein Diffraktogramm aufgenommen. Die ersten Hexahydrat-Reflexe habe ich bei 50% r.F. beobachten können bei 57% r.F. konnte ich keine 1.25-Hydrat-Reflexe mehr erkennen. Die Diffraktogramme habe ich sofern nicht anders angegeben, von 10 70 2Theta aufgenommen.

**Tab. 3: Phasenumwandlung von Magnesiumsulfathydraten bei 25°C**

Zeit	r.F. %	Identifizierte Phasen	stabile Phase
160°C		1.25 Hydrat	Kieserit
13 h	3	1.25 Hydrat	Kieserit
24 h	40	1.25 Hydrat	Hexahydrat
34 h	50 bis 57 (Gradient)	Hexahydrat / 1.25 Hydrat	Epsomit
26 h	57 bis 70 (Gradient)	Hexahydrat	Epsomit
Hexahydrat mit Pistill verrieben, dazu das Magnesiumsulfat aus der Feuchtkammer entnommen			
12 h	90	Epsomit	Epsomit
24 h	55	Epsomit	Epsomit
24 h	45	Epsomit, wenig Hexahydrat	Hexahydrat
24 h	43	Epsomit, wenig Hexahydrat	Hexahydrat
24 h	42	Epsomit, wenig Hexahydrat	vermutet Hexahydrat/Kieserit
Epsomit mit Pistill verrieben, dazu das Magnesiumsulfat aus der Feuchtkammer entnommen			
24 h	42	Hexahydrat	vermutet Hexahydrat/Kieserit

**Tab. 4: Phasenumwandlung von MgSO<sub>4</sub> im Porenraum einer G5-Fritte (1) bei 25°C**

Zeit	r.F. %	Identifizierte Phasen	stabile Phase
1 d 200°C		Trihydrat, wenig 1.25 Hydrat und Kieserit	Kieserit
3 d	29	Hexahydrit	Kieserit
15 min	75	Epsomit	Epsomit
11 h	< 3%	keine Intensitäten	Kieserit
24 h	29	Hexahydrit	Kieserit
24 h	20	Abnahme der Hexahydrit Reflexintensitäten	Kieserit
24 h	10	Abnahme der Hexahydrit Reflexintensitäten	Kieserit

**Tab. 5: Phasenumwandlung von MgSO<sub>4</sub> im Porenraum einer G5-Fritte (2) bei 25°C**

Zeit	r.F. %	Identifizierte Phasen	stabile Phase
25 d 200°C		Kieserit oder 1.25 Hydrat ev. Anhydrat	Kieserit
3 d	29	Kieserit oder 1.25 Hydrat ev. Anhydrat	Kieserit
2 min 17 min	75 29	Hexahydrit, keine Aussage über andere Hydrate möglich, 19-23 2Theta beobachtet	Kieserit
10 min	29	Hexahydrit, keine Aussage über andere Hydrate möglich, 19-23 2Theta beobachtet	Kieserit
12 min	75	Hexahydrit, Anstieg der Reflexintensitäten kein Auftreten von Epsomit Reflexen, 19-23 2Theta beobachtet	Epsomit

**Tab. 6 Zusammenfassung der beobachteten Phasenumwandlung von MgSO<sub>4</sub> bei 25°C**

<b>Edukt</b>	<b>Produkt</b>	<b>Poren- raum</b>		<b>Auslösende Luftfeuchte</b>	<b>Gleich- gewichts- feuchte</b>
1.25 Hydrat	Hexahydrat	n	spontan	50%	?
Trihydrat, 1.25 Hydrat	Hexahydrat	j	spontan	29%	?
Kieserit, 1.25 Hydrat	Hexahydrat	j	spontan	75%	42.1%
Hexahydrat	Epsomit	n	gehemmt	90%	51.3%
Hexahydrat	Epsomit	j	spontan	75%	51.3%
Epsomit	Hexahydrat	n	gehemmt	45%	51.3%
Epsomit	keine Intensitäten	j	spontan	< 3%	51.3%

### **Schlußfolgerung**

- Welche Hydratstufe vorliegt ist nicht allein durch die Thermodynamik sondern auch durch die Kinetik bestimmt.
- Die Hydratstufe die im Porenraum vorliegt, kann nicht durch Experimente ohne Porenraum vorhergesagt werden.
- Versuchsbedingungen (Temperatur, Zeit, relative Luftfeuchte, Lagerung der Probe) müssen genau abgestimmt und bekannt sein, um die Experimente miteinander abgleichen bzw. die vorliegende Hydratstufen bestimmen zu können .