

Synthese von Natriumsulfat

Ausgangsstoffe

- 200 g Calciumsulfat-Hemihydrat [10034-76-1]; $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$; $M = 145,15 \text{ g/mol}$
1,378 mol (frei käufliches Handelsprodukt unter der Bezeichnung „Modellgips“ oder „Stuckgips“)
- 140 g Natriumcarbonat [497-19-8]; Na_2CO_3 ; $M = 105,99 \text{ g/mol}$
1,321 mol (frei käufliches Handelsprodukt unter der Bezeichnung „Waschsoda“ oder „Reine Soda“)
- 850 g Wasser [7732-18-5]; H_2O ; $M = 18,02 \text{ g/mol}$
(frei käufliches Handelsprodukt unter der Bezeichnung „Destilliertes Wasser“)

Zwischenprodukte

- 300 g Natriumsulfat-Decahydrat (Glaubersalz) [7727-73-3]; $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$; $M = 322,20 \text{ g/mol}$
0,931 mol 70% der theoretisch maximal möglichen Ausbeute von 425,6 g $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (1,321 mol).

Produkte

- 94 g Natriumsulfat [7757-82-6]; Na_2SO_4 ; $M = 142,04 \text{ g/mol}$
0,662 mol 50% der theoretisch maximal möglichen Ausbeute von 187,6 g Na_2SO_4 (1,321 mol).

Reaktionen

Umsetzung von Calciumsulfat und Natriumcarbonat zu Calciumcarbonat und Natriumsulfat:

- 1) $\text{CaSO}_4(\text{s}) + \text{Na}_2\text{CO}_3(\text{aq}) \rightarrow \text{CaCO}_3(\text{s}) + \text{Na}_2\text{SO}_4(\text{aq})$
- 2) $\text{Na}_2\text{SO}_4(\text{aq}) + 10\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}(\text{s})$
- 3) $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}(\text{s}) \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4(\text{s}) + 10\text{H}_2\text{O}(\text{g})$

Theoretisch maximal mögliche Ausbeute: 187,6 g Na_2SO_4 oder 425,6 g $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (1,321 mol)

Arbeitsvorschrift

In einer 1 L Weithalsflasche mit Schraubdeckel werden 140 g Soda (Na_2CO_3) in 850 ml Wasser gelöst, dann 200 g Gips ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) dazugegeben, verschlossen und geschüttelt, bis alles aufgeschlämmt ist. Das entstandene hellbraune trübe Gemisch wird nach 30 Minuten, nach 2 Stunden und nach 6 Stunden nochmals aufgeschüttelt und dann ruhig stehen gelassen. Nachdem sich die unlöslichen Bestandteile (CaCO_3) abgesetzt haben (nach 1–2 Tagen), wird die klare überstehende Lösung dekantiert und filtriert. Das Filtrat (ca. 890 g), das etwa 18% Salz gelöst enthält und stark alkalisch reagiert (pH 10; zur Neutralisation sind etwa 2 g HCl 25% pro 100 g Lösung erforderlich), wird auf ca. 534 g (60% seiner ursprünglichen Masse) eingedampft, wobei zum Schluss etwas Na_2SO_4 auskristallisiert; die Lösung hat zuerst einen eigentümlich muffigen, etwas süßlichen Geruch, der beim Eindampfen allmählich verschwindet. Die heiße konzentrierte Lösung wird auf Raumtemperatur (20°C) abkühlen gelassen und der entstandene flockige Niederschlag abfiltriert. Es wird eine übersättigte klare Lösung erhalten, aus der aber zunächst noch kein Salz auskristallisiert. Erst nach Impfung mit Glaubersalz (es genügt ein einziges Kriställchen) und Umrühren trübt sich diese Lösung in wenigen Sekunden durch auskristallisierendes Glaubersalz und erwärmt sich etwas durch die Kristallisationswärme. (Steht Glaubersalz noch nicht zur Verfügung, so wird ein Tropfen der Lösung auf einer sauberen Fläche eintrocknen gelassen, bis kleine Glaubersalz-Kristalle entstanden sind.) Das Gemisch wird etwa 8 Std. bei Raumtemperatur (20°C) stehen gelassen, dabei gelegentlich umgerührt und dann im Kühlschrank oder im Eiswasserbad unter wiederholtem Umrühren auf ca. 6°C abgekühlt, wobei ein dicker Kristallbrei entsteht. (Ohne Impfung mit Glaubersalz entstehen beim Abkühlen meist große zusammen gewachsene Kristalle von metastabilem Natriumsulfat-Heptahydrat ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) am Behälterboden, die etwa 25% der Gesamtmasse darstellen.) Nach 12 Stunden wird der kalte Kristallbrei auf ein Taschentuch gegeben, darin eingepackt und in einer Wäscheschleuder (Waschmaschine: Schleudergang ohne Spülung!) geschleudert, um das Salz von der anhängenden Lösung zu befreien. Es ergeben sich so ca. 300 g feuchtes Glaubersalz, das noch mit etwas Natriumcarbonat verunreinigt ist; die gesättigte Lösung in Wasser reagiert alkalisch mit pH 9.

Zur Gewinnung von wasserfreiem Natriumsulfat (Na_2SO_4) wird das rohe Glaubersalz ohne zusätzliches Wasser erhitzt und das nach dem Schmelzen entstehende Gemisch aus gesättigter Lösung und wasserfreiem Natriumsulfat auf ca. 65% seiner ursprünglichen Masse eingedampft (Siedepunkt der gesättigten Lösung: 98°C bei 1,013 bar Luftdruck). Starkes Stoßen und Spritzen wird verhindert durch fortwährendes Rühren oder indem die Lösung wiederholt vom bereits auskristallisierten Salz abgossen und in einem zweiten Gefäß weiter eingedampft wird. Das auskristallisierte Natriumsulfat wird heiß abgesaugt oder abfiltriert und unverzüglich geschleudert; eine Abkühlung unter 33°C sollte vermieden werden, da sonst das Salz mit Lösungsresten zu wasserhaltigem Natriumsulfat reagiert und am Filtertuch festklebt. Das feuchte Salz wird schließlich im Backofen bei 110°C oder über Calciumchlorid vollständig getrocknet. Es ergeben sich so etwa 94 g wasserfreies Natriumsulfat (50% der Theorie), welches in Wasser mit neutraler Reaktion klar und farblos löslich ist.

Kostenrechnung

1 Packung Modellgips ($1,5 \text{ kg CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) für 2,49 EUR + 2 Packungen Soda (1 kg Na_2CO_3) für je 0,95 EUR ergeben 670 g wasserfreies Natriumsulfat für 4,39 EUR.

Durchführung



Abb. 1
Packung mit 1,5 kg Gips
(Reinweißer Naturgips)
2,49 EUR bei OBI



Abb. 2
Packung mit 500 g Soda
(Reine Soda wasserfrei)
0,95 EUR bei EDEKA



Abb. 3
200 g Modellgips (links) und
140 g wasserfreie Soda



Abb. 4
850 g destilliertes
Wasser in einer
1 L PET Weithalsflasche.



Abb. 5
140 g Soda werden
zugegeben.



Abb. 6
Nach Umschütteln und
Auflösung der Soda.



Abb. 7
200 g Gips werden
zugegeben.



Abb. 8
Nach Umschütteln.



Abb. 9
Nach 30 Minuten
wird wieder
geschüttelt.



Abb. 10
Nach 2 Stunden und
nach 6 Stunden wird
nochmals geschüttelt.



Abb. 11
Nach 2 Tagen
Sedimentation.



Abb. 12
Die Lösung (ca. 890 g) wird
in eine 1,2 L Glaskanne
abgehoben.



Abb. 13
Die Lösung wird auf 534 g
(60% ihrer ursprünglichen
Masse) eingedampft und
auf 20°C abgekühlt.



Abb. 14
Die abgekühlte Lösung
wird durch ein feines
Papiertaschentuch in eine
500 ml Glaskanne filtriert.



Abb.15
Die filtrierte übersättigte Lösung bei 20°C.



Abb.16
Nach Impfung mit einer Spur Glaubersalz und Umrühren entsteht eine Trübung aus Glaubersalz.



Abb.17
Nach Abkühlen auf 6°C und gelegentlichem Umrühren ist ein dicker Kristallbrei entstanden.

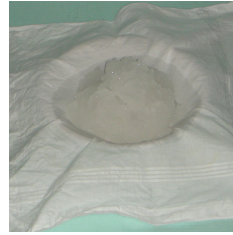


Abb.18
Der Kristallbrei wird auf ein Stofftaschentuch in einem Teller geschaufelt.



Abb.19
Das Tuch wird von zwei gegenüberliegenden Seiten eingeschlagen.



Abb.20
Das Tuch wird auch von den anderen Seiten her eingeschlagen.



Abb.21
Das Packet wird auf ein zweites Tuch gelegt.



Abb.22
Das Packet wird in das zweite Tuch eingepackt, dieses zugeschnürt und in einer Waschmaschine geschleudert.



Abb.23
Nach 2 Minuten Schleudern bei 800 U/min ist die Lösung weitgehend entfernt.



Abb.24
Als Zwischenprodukt werden 300 g rohes feuchtes Glaubersalz ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) erhalten; 70% der Theorie.



Abb.25
300 g feuchtes Glaubersalz in einer 1,2 L Glaskanne.



Abb.26
Nach Schmelzen und Erhitzen auf Siedetemperatur (98°C).



Abb.27
Nach Eindampfen auf 65% der ursprünglichen Masse (195 g) steht nur noch wenig Lösung über dem auskristallisierten Salz.

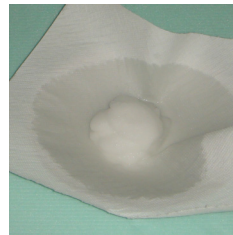


Abb.28
Das nasse Salz wird auf ein Küchentuch in einem vorgewärmten (> 50°C) Teller geschaufelt.



Abb.29
Der Brei wird in das Küchentuch eingepackt und auf ein Taschentuch gelegt.



Abb.30
Das Packet wird in das Taschentuch eingeschlagen und dieses zugebunden.



Abb.31
Nach 2 Minuten Schleudern mit 800 U/min ist das Salz fast trocken.



Abb.32
Es ergeben sich ca. 100 g feuchtes Natriumsulfat, das in einem Backofen bei 110°C getrocknet wird.



Abb.33
Das getrocknete und gesiebte Produkt: ca. 94 g wasserfreies Natriumsulfat (Na_2SO_4) (50% der Theorie).