

2331

II. Alkohole, Ester, Ketone

E. Aluminumalkoholate

G. 2

G3 20.5.1940. Entwurf Metall 138

Verfahren zur Stabilisation von ~~Alkoholaten des Magnesiums~~ und ~~Aluminiums~~.

Z.B. ~~Nickel~~ ~~Aluminium~~ ~~Aluminium~~

2332

$Mg(OH)_2$

Magnesium- und Aluminiumalkoholate entsprechend den Formeln  $Mg(OH)_2$  und  $Al(OH)_3$  sind äußerst instabile Verbindungen, die sich auch beim Lagern in geschlossenen Behältern infolge der Diffusion von wasserdampfhaltiger Luft langsam zersetzen. Insbesondere beim Umfüllen des meist stückigen Gutes und beim Transport müssen kostspielige Maßnahmen getroffen werden um eine Zersetzung durch Luftfeuchtigkeit und damit eine Beeinträchtigung des ~~Warenwertes~~ <sup>der Metalle der</sup> zu verhindern.

I., II. u. III Gruppe der Period. Systems und Aluminiums

Es wurde nun gefunden, daß ~~die Alkoholate des Magnesiums~~ durch eine einfache Druckbehandlung mit Kohlendioxyd oder  $CO_2$ -haltigen Gasen weitgehend stabilisiert werden können, indem diese mit ~~dem~~  $CO_2$  ~~neuartige~~ wohldefinierte Additionsverbindungen bilden. Die Umsetzung des  $CO_2$  mit den festen oder flüssigen Alkoholaten geschieht vorteilhaft bei Überdrucken zwischen 1 und 50 Atmosphären und es entstehen hierbei sowohl aus stückigem als auch aus flüssigem Alkoholat, ~~beispielsweise sek. Aluminiumbutylat, trockene und~~ <sup>schwer</sup> ~~crystalline~~ Produkte, die naturgemäß schon rein betriebstechnisch eine Menge Vorteile aufweisen. So sind sie unter anderem ~~leicht~~ <sup>gut</sup> ~~sicht~~ <sup>beständig</sup> und infolge ihrer geringen Neigung zum Backen den einfachsten Entleerungs- und Transporteinrichtungen zugänglich. Insbesondere die höheren Alkoholate mit verzweigten Ketten, die schwer alkoholtrocken und fest zu erhalten sind, ergeben durch die Nachbehandlung mit  $CO_2$  absolut trockene und kristalline Produkte, die bis zur feinsten Aufteilung pulverisierbar sind.

In chemischer Hinsicht entstehen Verbindungen, die schwerer hydrolisierbar und bedeutend feuchtigkeitsbeständiger sind als die reinen Alkoholate. ~~Es handelt sich um Anlagerungsverbindungen von Typus  $Mg_2(OH)_4 \cdot 3CO_2$ ,  $Al_2(OH)_6 \cdot 3CO_2$ ,  $Al(OH)_3 \cdot 3CO_2$ .~~

$Mg(OH)_2 \cdot CO_2$   
 $Mg(OH)_2 \cdot 3CO_2$   
 $Mg_2(OH)_4 \cdot 3CO_2$   
 $Al_2(OH)_6 \cdot 3CO_2$

Diese Verbindungen spalten ~~schon~~ <sup>mit</sup> ~~unter~~ <sup>verschiedenen</sup> organischen Lösungsmitteln insbesondere in der Wärme ~~schon~~ <sup>kurzer Einwirkungsdauer</sup> ~~ab~~ <sup>unter</sup> ~~und~~ <sup>beim</sup> ~~zersetzen~~ <sup>Schmelzen</sup> unter Abspaltung von Kohlendioxyd und Rückbildung des betreffenden Alkoholats. Erst diese Eigenschaften berechtigen erfindungsgemäß von einer Stabilisation der Alkoholate durch Druckbehandlung ~~mit~~ <sup>mit</sup>  $CO_2$  zu sprechen, da es somit möglich ist,

durch eine einfache Wärmebehandlung der CO<sub>2</sub>-Verbindung ohne oder mit Lösungsmittel bzw. chemischen Agens eine Rückbildung des Alkoholats bzw. dessen Umsatz zu erreichen.

Beispiele:

Es wurden folgende Alkoholate bei 20° in einem Stahlautoklaven 20 Std mit CO<sub>2</sub> von 45 atü behandelt.

- I) ~~Magnesiumsek.-Butylat (fest)~~
- II) Magnesiumäthylat (fest)
- III) Aluminiumäthylat (fest)
- IIIa) " n-propylat (fest)
- IV) " isopropylat (fest)
- V) " sek.-Butylat (flüssig)

Die entstanden ~~Carbo-Metall~~alkoholate zeigten beim Aluminium-~~sek.-Butylat~~ sowie beim Aluminium-isopropylat die beste Ausbildung der Kristalle, während beim ~~Magnesiumäthylat~~ erst nach dem Umkristallisieren aus Methylalkohol brauchbare Kristalle entstanden. Das Aluminiumäthylat und Aluminium-n-propylat ergaben nach der CO<sub>2</sub>-Behandlung amorph erscheinende Verbindungen, die jedoch nach ihrer Analyse zu urteilen eine einheitliche Zusammensetzung aufweisen.

Der Umsatz war in allen Fällen 100-%ig.

I Na(C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>O) · CO<sub>2</sub>

Analysenwerte der Produkte I-V.

	I Mg (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O) <sub>2</sub> · 3CO <sub>2</sub>	
	gef.	theor.
Gew.% Mg	14,3	17,5
Gew.% CO <sub>2</sub>	36,5	36,6
Gew.% Ges. C	36,7	36,6
Gew.% Ges. H	5,58	5,57

III Al (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>O)<sub>3</sub> · CO<sub>2</sub>

	gef.	theor.
Gew.% Al	13,8	13,1
Gew.% CO <sub>2</sub>	21,56	21,35

IV Al<sub>2</sub> (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O)<sub>6</sub> · 3CO<sub>2</sub> (iso)

	gef.	theor.
Gew.% Al	10,69	10,0
Gew.% CO <sub>2</sub>	25,26	24,45
Gew.% Ges. C	45,3	46,7
Gew.% H	7,56	7,78

