

G
 Aktenvermerk:
 F.I.Dr.Jo/Re.

Tr.W., den 1.10.1942.

2340

92
 A36

Herstellung von Aluminiumhydroxyd geringen Schüttgewichts.

Vers. Nr.	Herstellung	Trocknung	Schüttg. gewicht	Bemerkungen
514	Butal:H ₂ O, 1:0,8 zentrifugiert mit H ₂ O _d bei 100° alkoholfrei gemacht.	Trockenschrank bei 110° nach: 5 1/2 h 7 1/2 h 10 h 13 h 17 h	g/100 cem 64 59 56 54 59	
515	Butal:H ₂ O, 1:4, als solches getrocknet mit NH ₃ behandelt mit NH ₄ SO ₄ versetzt	Tr.Schr.b.110° nach 12 h 12 h 12 h	104 93 104	
516	Butal:H ₂ O, 1:4, H ₂ O:NH ₄ HCO ₃ 10:1	Tr.Schr.b.110° nach 7 h 9 1/4 h 14 1/4 h	68 78 78	
520	Butal:H ₂ O, 1:10, 100 g Butal in 200 g Butylalk.	Tr.Schr.b.110° nach 10 h nach 4 1/2 h	115 42	
519	wie Vers.520, 100 g Butal in 200 g mit Aceton o. Ergebnis.	Tr.Schr.b.110° 43 h	42	
557	1:4 sonst wie Vers.520 pH 5 (Salzsäure) <i>zinn</i>	i. tr. Luftstr. bei 50° 80° 180°	78 65 i. Tr. Schr. 70,2	
	1:4 pH 8 (NH ₄ HCO ₃ Zusatz)	i. tr. Luftstr. bei 50° 80° 180°	65 67 i. Tr. Schr. 68	
557c	Butal:H ₂ O 1:10, sofort mit 6-facher Acetonmenge getrocknet.	a) i. Luftstr. getr. SCHOTTsche Waschflasche b) 2 1/2 b. 80° i. Luftstrom weitergetrocknet c) 1 1/2 b. 100° wie b. d) 2 1/2 b. 150° wie b.	30 30,4 30 31,3	Der Winagesichtezeit. Schüttgew. 22,5 das andere Gut 37 b) Glühverl. 47,8% Löslichk.: Ca(?)
557d	Butal:H ₂ O. 1:5 a) bei starker Rührung und Zusatz fester CO ₂ zersetzt	Im tr. Luftstr. bei 30° nach 1 1/2 h i. Tr. Schr. bei 110° n. 2 h 180° 2 h 1000° 3 h	78,3 45,1 41 43	Glühverlust 28,2!

Vers. Nrs.	Herstellung	Trocknung	Schüttgewicht	Bemerkungen.
	b) wie a, jedoch mit Aceton i. tr. Luftstrom b. gewaschen u. abgenutzt. 30° nach 1/2 h		46,3	Löslichkeit α
557e	Butal:H ₂ O 1:10	i. tr. Luftstrom b. 50° 90° 120°	75,5 72,8 75	Demnach der Trocknungsgrad ohne wesentl. Einfluss.
	" 1:10, wie 557e, jedoch mit gasförm. CO ₂	i. Trockenschrank 180°	91	
		i. tr. Luftstrom b. a) 50° b) 120° c) 180°	57,5 71 77	
557g	Propal:H ₂ O 1:10, verflüss. Propal	i. Luftstrom tr. b. a) 90° i. Trockenschrank b) 90° c) 180°	76 67 80,5	
560	Propal:H ₂ O 1:10	Vak. Trock. 50°	83	
A	Butal 1:10	" 210°	85	
B	" 1:0,8	" 50°	62	
C	" 1:0,45	" 50°	28	Glühverl. 39,8% davon: 35% < 0,06 = 23,4g + 65% > 0,06 = 31,0g /100 cm ³ .
D	Butal:H ₂ O 1:0,5 50:100 mit 1/2 l Aceton gewaschen	an der Nutsche trockengesaugt.	46,4	
E	" heiss b. 100° gefällt. 1:4	a) Exikat. Trockn. b) b. 100° Tr. Schr.	89 66	
F	" 1:0,5	b. 90° m. 90° w. Luft	26,8	gemörsert 0,06 mm 31,28 0,06 mm 24,68
G	" 1:0,45	a) Vakuum b. 60° b) Tr. Schr. 110°	32,4 24,4	
H	" 1:0,27 100 Butal in 100 Alkohol gelöst! und darin H ₂ O gegeben; max. Temp. anstiegt 69°, wird vorübergehend fest.	a) i. Vakuum b. 60° b) Luftstrom 100° c) " 75°	17,8 19,2 27,3	Glühverlust 405 " 38,3 noch alkoholhaltig. theoreth. 50% H ₂ O
111	Fällung und Trocknung wie bei H, jedoch mit CO ₂ -fest. Zusatz	a) b) c)	29,12 24,7 39,8	noch alkoholhaltig.
<u>Versuche mit Carbutal.</u>				
521	Carbutal:H ₂ O 1:4 kalt gefällt, zentrifugiert,	an der Nutsche trockengesaugt. Tr. Schr. 110° 5h	46,4 66	

526	Carbutal:H ₂ O 1:4, Heiss gefällt.				
527	Carbutal:H ₂ O 1:4 mit 200° überhitztem Dampf langsam zersetzt.	nach	1/2 h	5h	103
	"	"	1 h		39,5 - Reproduktion
	"	"	1 1/4 h		35,21 ergab 41,2
558	Carbutal innerhalb einer 1/2h bis zur Alkoholfreiheit zersetzt mit überhitztem Dampf.	"	1/2h		32,61
558a	Carbutal mit Dampf von 230-250° zersetzt, wobei die Temp. innerhalb 3 h v. 90°-160° im Oxyd anstieg.	"	1 1/2h		60
		"	3 1/2 h		51
	Carbutal mit Dampf zersetzt	Temp. 120°	langsam		67
	" " " "	"	150°	schnell	Das Volumen sank von 100 cm ³ Carbutal auf 17 cm ³ Al(OH) ₃
	" " " "	"	200°	"	56
	" " " "	"	200°	"	38,5
	" " H ₂ O (100°)+CO ₂ -Gas	"100°			34,5
					37
					52

Die Fällungen von Butal mit Wasser waren geleitet von der Überlegung, dass das Schüttgewicht um so niedriger sein müsste, je höher der Wassergehalt ist. Nach dieser Überlegung müsste das Trihydrat Al₂O₃·3H₂O mit einem Verhältnis von Al₂O₃ zu Wasser wie 1: 1,9 das kleinste Schüttgewicht haben, wenn die Dichte des Wassers mit 1 und die des Al₂O₃ mit rd. 4 berücksichtigt wird. Die Überlegung erwies sich als irrig. Das Verhältnis Oxyd:Wasser bestimmt die wahre Dichte, nicht aber die scheinbare Dichte, und das Schüttgewicht. Das Letztere hängt vielmehr von dem Ausdruck $(\frac{d-s}{d}) \cdot 100$ d. i. Porenvolumen, ab, wenn man mit d die wahre Dichte und mit s die scheinbare Dichte bezeichnet.

Verschiedene pH-Werte bei der Fällung, Zusätze von gasförmiger Kohlensäure (Bildung von Aluminiumhydroxyd über basische Aluminiumcarbonate wie sie z. B. bei der Fällung von Aluminiumsulfat mit Ammoniumcarbonat angenommen werden müssen, ~~was~~ zu niedrigen Schüttgewichten führen), die nachträgliche Behandlung des Niederschlages mit Ammoniak oder Ammoniumsulfat, Variationen der Trocknung mit gleichzeitiger Windrichtung führen bei Fällungen von Butal mit Wasser 1:10 oder 1:4 nicht zum Ziel. Versuche mit Carbutal, das mit Dampf bei 120, 150 und 200° bis zur Alkoholfreiheit zersetzt wurde, führten zwar zu einer Herabsetzung des Schüttgewichtes, jedoch liegt die Glühverlust mit 19,2% weit unter den geforderten 50%. Erst die Variation des Butal:Wasserverhältnisses von 1:10 über 1: 0,8 nach 1: 0,45 (Vers. 560 A-C), die von Herrn Haferkamp aus eigener Initiative selbstständig durchgeführt wurde, zeigten in der Abnahme des Schüttgewichtes von 85 über 62 nach 28 mit einem Glühverlust von 39,8% die weitere Forschungsrichtung an.

Der Versuch 560 H, bei dem auf 1 Butal 0,27 Teile Wasser, entsprechend 50% H₂O zu der alkoholischen Lösung des Alkoholats zugegeben wurden, führte erstmalig zu einem Schüttgewicht unter 20 g/100 cm³ mit einem Glühverlust von 40,5. Allerdings ist das Oxyd sowohl im Vakuum und im Luftstrom getrocknet mit Spuren Alkohol behaftet. Die Probe 2 für Metallgesellschaft ist nach den Bedingungen des Versuches 560 H hergestellt. Das Oxyd ist schneeweiss, pulverförmig und fällt selbst nach mehrmaligem Anstossen im Messzylinder zusehends, was bei der

wenden

2343

Angabe des Schüttgewichtes zu berücksichtigen ist.

Die Fällung ohne Alkohol als Verdünnungsmittel führt zu gleich günstigem Oxyd, doch bedeutet diese Fällung ~~ohne Alkohol als~~ durch die Verfestigung des Produktes noch eine apparative Schwierigkeit. (Knetwerk erforderlich)

Durch Verdüsung von 100° warmem Butal unter 2 Atü Stickstoffdruck und Wasser an 2 - 2,5 atü Eigendruck an SCHDICKSchen Kreiselkraftdüsen ohne Treibmedium, die sich durch bessere Zerstäubung, sofortige Reinigung während des Einstellens durch die verstellbare Nadel für unsere Zwecke den Nibulasa-Molekülzerstäuber überlegen zeigte, wurde ohne Kenntnis der Strömungsgeschwindigkeit in 3 orientierenden Versuche folgendes erzielt:

	Schüttgewicht	Glühverlust
I	22	34
II	23	30
III	21	33

Zur Zeit erwarten wir noch einen Satz Düsen zum Ausprobieren, während für die Messung der Strömungsgeschwindigkeit Flügelrad-Mengenmesser, Stauränder und für Luft kleinere Rotamesser bestellt sind.