

1. Mitteilung

Versuche mit Seligerresten vom Erftwerk
Probe fein und grob vom 17.11.1946

2432

A.) Versuche mit Probe fein

<u>Analyse</u>	<u>Erftwerk</u>	<u>Schefels</u>
Al	50 - 55 %	58 %
Si	4 - 8 %	7,6 %
Cu	6 - 14 %	8,5 %
Zn	4 - 9 %	3,6 %
Fe	9 - 20 %	14,0 %
Mn	2 - 5 %	7,3 %
Pb	< 1,0 %	0,5 %
Ni	0,1 - 1,0 %	0,4 %
Mg	< 0,2 %	< 0,1 %

Die Analyse (Schefels) gibt leider einen genauen Durchschnittswert der Probe nicht an, da eine beliebige Mengen der Probe fein und grob zerkleinert wurde und hiervon nur die kleinsten Teile analysiert wurden.

Versuch Nr. 2 vom 22.11.1946

Aufgabe

Probe A fein vom 17.11.1946 zu Aluminiumbutylat umsetzen.

Versuch

25 g Legierung fein mit 52,5 % Al auf Grund der Analyse Erftwerk angenommen wurden mit 100 cm³ Butanol, in dem 100 mg HgCl₂ gelöst waren, unter Erwärmen aktiviert. Anschließend noch 300 cm³ Butanol zugesetzt. 17,5 Ltr. H₂ sind zu erwarten.

Anfang

12 ⁰⁵	Uhr	Reaktionsanfang ohne Heizung
12 ¹⁰		0,15 Ltr. Gas, leicht bläuliche Trübung
12 ³⁰		3,10 " " milchige Trübung
13 ⁰⁰		3,65 " " "
nun mit kleiner Flamme aufgeheizt		
13 ¹⁰		4,00 Ltr. Gas (1. Probe gezogen = 15 cm ³)
13 ³⁰		5,65 " " "
14 ⁰⁰		7,00 " " "
14 ³⁰		7,80 " " "
14 ⁴⁵		8,00 " " (2. Probe gezogen = 10 cm ³)
15 ⁰⁰		8,35 " " "
16 ⁰⁰		8,50 " " "
21 ¹⁵		10,00 " " Heizung abgestellt.

23.11.1946

8⁰⁰ Uhr 9,30 Ltr. Gas ohne Heizung

Nochmals mit 100 mg HgCl₂ in wenig Alkohol gelöst nachaktiviert und langsam aufgeheizt.

9³⁰ Uhr 9,70 Ltr. Gas

10⁰⁰ " 10,10 " "

11⁰⁰ " 10,20 " " (3. Probe gezogen = 10 cm³)

Nach Abkühlung 9,5 Ltr. Gas. Eine Wiederingangsetzung der Reaktion durch Zugabe von weiteren 100 mg HgCl₂ als Aktivierungsmittel war mithin nicht möglich. Insgesamt 9,5 Ltr. Gas x 0,985 = f der Uhr = 9,0 Ltr. H₂ entwickelt. Dieses bedeutet einen Umsatz von 52 % bei 17,5 Ltr. theor. H₂.

Versuch Nr. 4 vom 25.11.1946

Aufgabe

Wiederholung von Versuch 2 mit Aluminiumlegierung Probe A fein vom 17.11.1946 gemörsert 1 - 2 mm Korngröße.

Versuch

25 g der Probe fein vom 17.11.1946 wurden mit 100 mg HgCl₂ in wenig Butanol gelöst aktiviert. Insgesamt 150 cm³ Butanol zugegeben. 17,5 Ltr. H₂ sind zu erwarten.

Anfang

Uhr	Reaktionsanfang ohne Heizung
12 ⁴⁵	
13 ⁰⁰	0,3 Ltr. Gas
13 ³⁰	1,1 " "
13 ⁵⁰	4,0 " " (1. Probe gezogen)
14 ⁰⁰	5,5 " "
14 ³⁰	7,0 " " schwach aufgeheizt
15 ⁰⁰	7,8 " "
15 ¹⁵	8,0 " " (2. Probe gezogen)
15 ³⁰	8,6 " "
16 ⁰⁰	8,8 " "
16 ³⁰	9,0 " "
17 ⁰⁰	9,1 " "
21 ⁰⁰	9,26 " "

abgekühlt 8,35 " " x 0,985 f der Uhr = 8,22 Ltr. H₂

Dieses entspricht einem Umsatz von 47 % bei 17,5 Ltr. zu erwartenden H₂. Nach Abgießen der Butanolösung vom Rückstand, diesen nochmals aktiviert und frischen Alkohol zugegeben. Die Reaktion konnte nicht wieder in Gang gesetzt werden. Rückstand getrocknet 16,4 g = 8,6 g Al umgesetzt. Dies bedeutet einen Umsatz von 65 % bei 13,1 g

Al-Einsatz.

Versuch Nr. 6 a vom 27.11.1946Aufgabe

- Aktivierung der Aluminiumprobe A fein vom 17.11.1946 mit HCl-Gas (getrocknet).

Versuch

- 25 g Legierung Probe A fein vom 17.11.1946 eine halbe Stunde mit HCl-Gas = 11 g HCl/Stunde aktiviert. Insgesamt 170 cm³ Butanol zugegeben. 17,5 Ltr. H₂ sind zu erwarten.

Anfang

13 ⁴⁵ Uhr	aufgeheizt, da die Reaktion in der Kälte nicht ansprang
13 ⁵⁵ "	0,5 Ltr. Gas
• 13 ⁵⁶ "	stürmische Reaktion, Heizung abgestellt
13 ⁵⁷ "	1,6 Ltr. Gas, Trübung
14 ⁰⁵ "	2,6 " "
14 ¹⁵ "	3,5 " " wieder aufgeheizt
• 14 ²² "	4,0 " " (1. Probe)
14 ³⁰ "	5,2 " "
14 ⁴⁵ "	6,5 " "
15 ⁰⁰ "	7,1 " "
15 ³⁴ "	8,0 " " (2. Probe)
16 ⁰⁰ "	8,3 " "
17 ⁰⁰ "	8,65 " "
• 21 ⁴⁵ "	9,26 " " (3. Probe)

nach Abkühlung 8,34 Ltr. Gas x 0,985 f der Uhr = 8,21 Ltr. H₂. Die entstandene H₂-Menge wird der Wirklichkeit nicht entsprechen, da der Schliff des Kolbens offensichtlich undicht war. Weiter hatte sich am Rand des Kolbens deutlich eine weiße Abscheidung gebildet. (AlOH)₃? die wahrscheinlich durch H₂O-Abspaltung bei der Veresterung von Butylen durch HCl in Gegenwart von Zn entstanden ist. Ein Versuch die Aktivierung mit HCl-haltigen Butanol durchzuführen, kann daher aufgegeben werden. Bei der nächsten HCl-Gasaktivierung muß unbedingt die zu aktivierte Legierung vorher gut mit Butanol vom HCl-Gas ausgewaschen werden.

Insgesamt 8,21 Ltr. H₂ entstanden. Dies entspricht einem Umsatz von 47 %, da 17,5 Ltr. H₂ theor. zu erwarten waren. Rückstand = 18 g. Dies entspricht einem Umsatz von 7 g Al = 53 % Umsatz bei 13,1 g Al-Einsatz.

Versuch 6 a F vom 29.11.1946Aufgabe

Wie Versuch 6 a .

Versuch

25 g Legierung Erftwerk Probe A fein vom 17.11.1946 eine Stunde mit HCl-Gas 11 g HCl/Stunde aktiviert. Da in Gegenwart von HCl und Zn als Katalysator mit Butanol Butylchlorid entsteht, wurde die Legierung mit 200 cm³ Butanol gut gespült. Mit Methylorange wurde Neutralität bewiesen. Durch Dekantation bei der Alkoholspülung konnte ein Verlust der eingewogenen Legierung nicht vermieden werden. Gespülte Legierung bei 110° getrocknet = 24,5 g. Einsatz = 24,5 g mit 170 cm³ Butanol angesetzt. 16,3 Ltr. H₂ sind zu erwarten bei 50 % angenommenem Al-Gehalt.

Anfang

14 ⁴² Uhr	aufgeheizt	sofort leichte H ₂ -Entwicklung
14 ⁴⁵ "		starke Reaktion, Flamme abgestellt
14 ⁴⁶ "		0,88 Ltr. Gas, milchige Trübung
		Da durch Änderung der Apparatur das Tauchrohr zu kurz war, wurden noch 100 m ³ Butanol zugegeben.
15 ⁰⁰ "		2,98 Ltr. Gas
15 ⁰⁹ "		4,00 " " (1. Probe)
15 ¹⁵ "		5,08 " " "
15 ³⁰ "		5,78 " " mit Flamme aufgeheizt
15 ⁴⁵ "		8,51 " " "
15 ⁵⁶ "		10,00 " " (2. Probe)
16 ⁰⁰ "		10,41 " " "
16 ¹⁵ "		11,73 " " "
16 ³⁰ "		12,55 " " "
16 ⁴⁵ "		13,20 " " "
17 ⁰⁰ "		13,73 " " "
17 ⁴⁵ "		14,69 " " Raumtemperatur 22°
18 ⁴⁵ "		15,66 " " "
19 ¹⁵ "		16,11 " " (3. Probe)
22 ⁰⁰ "		17,34 " " (4. Probe)

durchgelaufen bis 30.11.

17⁴⁵ Uhr 18,70 Ltr. Gas.
 Insgesamt 18,7 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion (Gasflasche) = 17,6 Ltr. Gas.

Gasprobe	CO ₂	O ₂	H ₂	C _n H _{2n} + 2	N ₂
	2,4	12,1	42,4	3,6	39,5

CO₂-O₂-N₂-Werte durch Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

17,6 Ltr. Gas mit 42,4 % Wasserstoff = 7,45 Ltr. H_2 + 1,3 Ltr. H_2
für verbliebene Wasserstoffmenge in der Apparatur = 8,75 Ltr. H_2 .
Dies bedeutet einen Umsatz von 53,5 % bei einer theor. Wasserstoff-
menge von 16,3 Ltr. Rückstand mit Butanol gewaschen und bei 110°
getrocknet = 17 g! Demnach sind 7,5 g Al umgesetzt = 61 % Umsatz
bei 12,25 g Al-Einsatz.

Versuch 6 a W Fortsetzung vom 2.12.1946

16,9 g Rückstand aus Versuch 6 a W mit 4,75 g Al wurden nochmals
eine Stunde im HCl-Strom 11 g HCl/S.unde aktiviert und mit 250 cm^3
Butanol gewaschen. Insgesamt 108 cm^3 Butanol zugegeben. 6,4 Ltr. H_2
sind zu erwarten.

Anfang

12 ²² Uhr	aufgeheizt, leichte H_2 -Entwicklung
12 ²⁸ "	Siedtemperatur des Alkohols erreicht
12 ³⁰ "	0,64 Ltr. Gas
12 ⁴⁵ "	1,14 " "
12 ⁴⁷ "	keine H_2 -Entwicklung mehr.

Die 1,14 Ltr. Gasmenge muß als Ausdehnung der Apparatur gewartet
werden. Mithin ist eine Nachaktivierung nicht möglich. Auch eine
Nachaktivierung mit 50 cm^3 butylalkoholischer HCl (11 g HCl in 100 cm^3)
verlief negativ. Rückstand hatte unstabiles Sklett und konnte
leicht zwischen den Fingern zerdrückt werden.

Versuch 7 vom 3.12.1946

Aufgabe

Probe A fein vom 17.11.1946 mit $HgCl_2$ + Jod aktiviert, um durch
eine stärkere Aktivierung (gegenüber HCl) einen größeren Umsatz zu
erzielen.

Versuch

15 g Probe A fein vom 17.11.1946 mit 25 cm^3 Butanol, in dem je 50 mg
 $HgCl_2$ und Jod gelöst waren, 1 Stunde in der Kälte aktiviert. Insgesamt
 96 cm^3 Butanol zugegeben. 10,0 Ltr. H_2 sind zu erwarten.

Anfang

10 ⁰⁰ Uhr	Reaktion in der Kälte eingetreten.
10 ¹⁵ "	0,32 Ltr. Gas
10 ⁴⁵ "	0,46 " "

Nun nach 1 Stunde Aktivierung mit kleiner Flamme aufgeheizt.

10 ⁴⁷ Uhr	starke H_2 -Entwicklung
10 ⁵¹ "	Flamme abgestellt
11 ⁰⁰ "	3,34 Ltr. Gas

Wieder aufgeheizt.

11¹⁵ Uhr 5,05 Ltr. Gas
 11³⁰ " 5,48 " "
 12⁰⁰ " 5,91 " "
 12⁴⁵ " 6,15 " " (1. Probe) Reaktion beendet.

Gasprobe	CO ₂	O ₂	CO	H ₂	CnH _{2n} + 2	N ₂
	1,8	10,4	0,0	64,0	2,8	21,0

CO₂-O₂-N₂-Werte durch Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 6,15 Ltr. Gas mit 64 % H₂ = 3,9 Ltr. H₂ entstanden. 1, Ltr. H₂ müssen für den in der Glasapparatur verbliebenen H₂-Menge zugerechnet werden = 5,4 Ltr. H₂ = 4,06 g Al. Einsatz 15 g Legierung mit 7,5 g Al. Mitin sind 54 % Al umgesetzt. Rückstand war wie in Versuch 6 a W unstabil.

Versuch 7 Fortsetzung vom 4.12.1946

Aufgabe

Es soll festgestellt werden, ob durch Zerkleinerung der bereits in Versuch 7 eingesetzten Legierung ein größerer Umsatz des vorliegenden Al erreicht werden kann.

Versuch

11 g Rückstand aus Versuch 7 wurden fein gepulvert. Al-Gehalt = 4,15 g. Nun mit 25 cm³ Butanol, in dem je 50 mg HgCl₂ und Jod gegeben waren, 1 Stunde kalt aktiviert. Insgesamt 53 cm³ Butanol zugesetzt. 5,5 Ltr. Wasserstoff sind zu erwarten. Apparatur mit H₂ gespült.

Anfang

10⁵⁰ Uhr aufgeheizt
 11⁰⁰ " 1,13 Ltr. Gas
 11¹⁵ " 1,18 " " keine weitere H₂-Entwicklung.

Auch hier konnte durch Zerkleinerung des Rückstandes die Reaktion nicht wieder in Gang gebracht werden.

Versuch 9/2 vom 17.12.1946

Analyse Probe A 0,5 - 3 mm

Al	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Mg	Ni	Pb
68,7	7,1	6,5	7,3	6,8	2,6	<0,1	0,4	0,5

Aufgabe

Es soll festgestellt werden, ob durch 24 stündiges Tempern bei der Legierung Probe A fein vom 17.11.1946 eine weitgehendste Definiierung des evtl. vorliegenden Eutektikums CuAl₂ in einem stabilen Zustand erreicht werden kann.

Versuch

10 g Legierung Probe A fein vom 17.11.1946 0,5 - 3 mm über 24 Stunden bei 200° getampert wurden mit 50 cm³ Butanol, in den je 50 mg HgCl₂ und Jod gelöst waren, eine halbe Stunde kalt aktiviert. Insgesamt 64 cm³ Butanol zugesetzt. Apparat mit H₂ gespült. 9,61 Ltr. H₂ sind zu erwarten.

Anfang

12 ⁴⁵ Uhr	aufgeheizt	
12 ⁵⁵ "	5,52 Ltr. Gas	
13 ⁰⁰ "	6,94 " "	
13 ¹⁵ "	9,86 " "	
13 ³⁰ "	11,37 " "	
13 ⁴⁵ "	11,92 " "	
14 ³⁰ "	12,64 " "	
15 ⁰⁰ "	12,69 " "	Versuch abgestellt.

Gasprobe	CO ₂	CnHn	O ₂	CO	H ₂	N ₂
----------	-----------------	------	----------------	----	----------------	----------------

0,6 0,0 14,3 0,0 33,9 51,2

Insgesamt 12,69 Ltr. Gas mit 33,9 % H₂ = 4,3 Ltr. H₂ + 1,3 Ltr. H₂ für in der Glasapparatur verbliebene Wasserstoffmenge = 5,6 Ltr. H₂. Der Umsatz beträgt demnach 58 %. Rückstand 7,5 g. Demnach ein Umsatz von 36,4 % bei 6,87 g Al-Einsatz. Auf Grund der Gasprobe muß angenommen werden, daß die Apparatur nicht restlos dicht war und daher der Umsatz nach der H₂-Bilanz zu hoch liegt.

Versuch 9 vom 12.12.1946Aufgabe

Legierung Probe A fein vom 17.11.1946 durch Zerschlagen klassiert in erste Fraktion < 0,5 mm = 34 % und zweite Fraktion 0,5 - 3 mm = 66 %. Die zweite Fraktion 0,5 - 3 mm soll zum Vergleich zu Probe B grob 0,5 - 4 mm eingesetzt werden, um zu beweisen, daß Probe A und B nach Angabe Erftwerkes wirklich identisch sind und gleichzeitig ein Vergleich zu den Versuchen 7 und 7 Fortsetzung, bei denen die Ausgangslegierung eingesetzt wurde, darstellen.

Versuch

Einsatz 25 g Legierung Probe A 0,5 - 3 mm wurde mit 50 cm³ Butylalkohol, in dem je 50 mg HgCl₂ und Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Wenn auf Grund der Analyse (Scheffels) < 0,5 mm mit 68,7 % Al (siehe Versuch 9/2) angenommen wird, so werden 17,15 g Al eingesetzt. Hierfür insgesamt 180 cm³ Butanol zugeben.

23,9 Ltr. H_2 sind zu erwarten, wofür noch 44 cm^3 Butanol zugesetzt wurden = 224 cm^3 Butanol insgesamt. Apparatur wurde vorher mit H_2 gespült.

pro C₁₂ H₂₂ O₂ Butanol

Anfang

13 ⁴⁵	Uhr	aufgeheizt, starke Reaktion
13 ⁵⁵	"	3,96 Ltr. Gas
14 ⁰⁰	"	5,84 " "
14 ¹⁵	"	8,18 " "
14 ³⁰	"	9,15 " "
14 ⁴⁵	"	9,75 " "
15 ⁰⁰	"	9,95 " "
15 ³⁰	"	10,22 " "
16 ⁰⁰	"	10,36 " "
16 ³⁰	"	10,46 " " (1. Probe)
17 ⁰⁰	"	10,52 " " Versuch abgestellt.

Gasprobe	CO ₂	CnHm	C ₂	CO	H ₂	N ₂
	1,1	0,0	0,6	0,0	96,1	2,2

CO₂-O₂-N₂-Werte durch Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt wurden 10,52 Ltr. Gas entwickelt - 1,1 Ltr. Gas Expansion = 9,42 Ltr. = 7,06 g Aluminium = 41,2 % Umsatz bei 17,15 g Al-Einsatz.

Butalbilanz

289 g Butallösung D₁₅ = 0,843 = 22 Vol.%. = 61,1 g Butal entspricht 6,6 g Al = 38,5 % Umsatz bei 17,15 g Al-Einsatz.

Rückstand bei 110° getrocknet = 17,7 g. Mithin wurden 7,3 g Al eingesetzt = 42,5 % Umsatz bei 17,15 g Al-Einsatz.

Versuche mit Probe grob 1.) < 0,5 mm

Versuch 8/2 vom 9.12.1946

Aufgabe

Probe grob vom 17.11.1946 < 0,5 mm einsetzen.

Analyse (Schefels)

Al	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Mg	Ni	Pb
65	9,1	5,3	5,1	11,6	2,7	< 0,1	0,6	0,5

Versuch

15 g Legierung Probe grob vom 17.11.1946 < 0,5 mm, die durch Zerschlagen der Probe grob klassiert wurden, mit 30 cm^3 Butylalkohol in dem je 50 mg $HgCl_2$ und Jod gelöst waren, in der Kälte eine ne...

Stunde aktiviert. Insgesamt 9,75 Ltr. H_2 sind zu erwarten. Apparatur mit H_2 gespült.

anfang

Uhr	aufgeheizt
12 ⁰⁰	
12 ⁰⁶	starke Gasentwicklung, Flamme abgestellt.
12 ¹⁰	4,26 Ltr. Gas
12 ¹⁵	5,96 " "
12 ³⁰	7,58 " "
12 ⁴⁵	8,18 " "
13 ¹⁵	8,54 " "
13 ³⁰	8,62 " "
14 ⁰⁰	8,73 " " (1. Probe)
14 ³⁰	8,78 " "
15 ⁰⁰	8,81 " " Versuch beendet.

Infolge Alkoholmangels nicht zu Ende reagiert.

Dasselbe b. Ver. 8/2

Gasprobe	CO_2	$CnHm$	O_2	CO	H_2	$CnH_{2n} + 2$	N_2
	1,3	0,9	1,0	0,0	92,6	0,0	4,2

CO_2 - O_2 - H_2 -Werte durch Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 8,81 Ltr. Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 7,6 Ltr. H_2 . Dies entspricht einen Umsatz von 58 % bei 13 Ltr. theor. Menge H_2 .

Rückstand bei 110° getrocknet = 7,3 g. Mithin wurden 7,7 g Al umgesetzt = 79 % Umsatz bei 9,75 g Al-Einsatz.

Rückstand Analyse (Scheffels)

Al	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Mg	Ni	Pb
50,2	8,2	10,5	7,0	18,8	4,2	< 0,1	0,5	0,5

Einsatz 15 g mit 65 % Al = 9,75 g Al.

Rückstand 7,3 g mit 50,2 % Al = 3,65 g Al. Mithin wurden 6,1 g Al = 62,5 % umgesetzt.

Formel (Haferkamp) $35 : 49,8 \times 100 = 70,5$ $U = 100 - 70,5 : 65 = 45,5 \%$.

Butalbilanz 126 g Butallösung $D_{15} = 0,860 = 146 \text{ cm}^3 = 33 \text{ Vol.} \% = 46,2 \text{ g Butal}$. Dies entspricht 5,1 g Al + 0,5 g Al für 14 cm^3 erste Probe = insgesamt 5,6 g Al in Butal wiedergefunden. Umsatz 57,5 % bei 9,75 g Al-Einsatz.

2.) Probe B grob Klassierung 0,5 - 4 mm

Versuch 8/3 vom 10.12.1946

Aufgabe

Probe B grob der Klassierung 0,5 - 4 mm einsetzen.

Versuch.

25 g Legierung Probe B 0,5 - 4 mm wurden mit 50 cm³ Butanol, in dem je 50 mg HgCl₂ und Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Insgesamt 159 cm³ Butanol zugegeben. Da anfänglich ein Al-Gehalt von 50 % angenommen wurde, ist die Menge Butanol zu gering. Auf Grund der Werte (< 0,5 und > 4 mm) 68,2 % Al interpoliert. Bei einem Gehalt von 68,2 % Al sind 17,0 g Al eingesetzt. Hierrfür 22,6 Ltr. H₂ zu erwarten. Apparatur mit H₂ gespült.

Anfang

11 ²⁵ Uhr	aufgeheizt
11 ⁴⁰ "	5,30 Ltr. Gas
11 ⁴⁵ "	6,78 " "
12 ⁰⁰ "	9,57 " "
12 ¹⁵ "	11,62 " "
12 ³⁰ "	13,05 " "
12 ⁴⁵ "	14,29 " "
13 ⁰⁰ "	15,09 " "
13 ³⁰ "	16,45 " "
14 ⁰⁰ "	17,44 " "
14 ³⁰ "	18,03 " "

Nun noch 50,0 cm³ Butanol zugegeben.

15 ⁰⁰ Uhr	18,62 Ltr. Gas
16 ⁰⁰ "	19,32 " "
17 ⁰⁰ "	19,63 " " (1. Probe)
18 ⁰⁰ "	19,89 " "
20 ⁰⁰ "	20,26 " "
22 ¹⁵ "	20,51 " "
11.12. 0 ¹⁵ "	20,67 " "
4 ¹⁵ "	20,90 " "
8 ³⁰ "	21,03 " "

Versuch abgestellt.

Gasprobe:	CO ₂	CnHm	O ₂	CO	H ₂	N ₂
	2,0	0,4	0,3	0,0	96,3	1,0

CO₂-O₂-N₂-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Spülflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 21,03 Ltr. Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 19,84 Ltr. H_2 =
 14,9 g Al = 87,2 % Umsatz bei 17,0 g Al-Einsatz.
 Rückstand getrocknet bei 110° = 11,0 g. Demnach 14 g Al umgesetzt
 = 82 % Umsatz bei 17,0 g Al-Einsatz.

Analyse (Scherels)
 v. Rückstand

Al	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Ni	Pb
45,8	14,3	12,5	5,5	15,0	4,4	10,1	2,0

25 g Legierungseinsatz mit 68,2 % Al = 17 g.

Rückstand mit 11 g und 45,8 % Al = 5,1 g Al.

Demnach wurden 11,9 g Al umgesetzt = 70 % Umsatz.

Formel (Haferkamp) $31,8 : 54,2 \times 100 = 58,2$ $U = 100 - 58,2 : 68,2$
 = 61,2 % Umsatz

Butalbilanz

Butallösung = 204 g $D_{15} 0,895 = 226 \text{ cm}^3 = 56 \text{ Vol.} \% = 126,6 \text{ cm}^3$

Butal = 121,6 g = 13,3 g Al. Dies entspricht 78,5 % Umsatz bei 17 g
 Al-Einsatz.

Versuch 8/4 vom 11.12.1946

Aufgabe

Vergleich zu Versuch 3/3 allerdings mit HCl-Aktivierung

Versuch

25 g Legierung Probe B grob vom 17.11.1946, Klassierung 0,5 - 4 mm,
 1 Stunde im HCl-Strom (25 g HCl/h) aktiviert. Nun mit Butanol bis
 zur Neutralisation ^{Basen} gewaschen. Legierung mit 160 cm^3 Butanol zur
 Reaktion angesetzt. Apparatur mit H_2 gespült.

17,0 g Al wurden eingesetzt, da die Legierung nach Versuch 8/3
 68,2 % Al enthielt. Demnach sind 22,6 l H_2 zu erwarten.

Anfang

14⁰⁰ Uhr aufgeheizt

14¹⁰ " 1,12 Ltr. Gas -

14³⁰ " 1,37 " " leichte Trübung

14⁴⁵ " 2,43 " "

15⁰⁰ " 4,27 " "

15¹⁵ " 6,15 " "

15³⁰ " 7,92 " "

15⁴⁵ " 9,34 " "

16⁰⁰ " 10,65 " "

16³⁰ " 12,87 " "

17⁰⁰ " 14,42 " "

17³⁰ " 15,87 " "

18 ⁰⁰ Uhr	16,92 Ltr. Gas	
19 ¹⁵ "	18,73 " "	
20 ¹⁵ "	19,81 " "	
22 ¹⁵ "	20,79 " "	(1. Probe)

12.12.1946

1 ¹⁵ Uhr	21,71 " "	
3 ¹⁵ "	22,07 " "	
5 ¹⁵ "	22,25 " "	
9 ¹⁵ "	22,66 " "	Versuch abgestellt.

Gasprobe	CO ₂	CnHm	O ₂	CC	H ₂	N ₂
	2,0	1,8	0,5	0,0	94,1	1,6

CO₂-O₂-N₂-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 22,66 Ltr. Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 21,47 Ltr. H₂ entstanden. Demnach wurden 16,0 g Al umgesetzt = 94 % Umsatz bei 17,0 g Al-Einsatz.

Rückstand bei 110° getrocknet = 8,5 g. 25 g Einsatz - 8,5 g Rückstand = 16,5 g Al eingesetzt = 97 % Umsatz bei 17,0 g Al-Einsatz.

Butalbilanz 209 g Butallosung mit D₁₅ = 0,900 = 233 cm³ mit 59,6 Vol. = 138 cm³ Butal = 133 g Butal = 14,6 g Al. Dies bedeutet ein Umsatz von 86 % bei 17,0 g Al-Einsatz.

Versuch 8/5 vom 16.12.1946

Aufgabe

Vergleich zu Versuch 8/3 mit 8/4 allerdings mit Aktivierung von haltigem Butanol.

Versuch

25 g Legierung Probe B grob vom 17.11.1946 0,5 - 4 mm wurden mit 30 cm³ HCl-haltigem Butanol (11 g HCl in 100 cm³) 5 Minuten aktiviert und mit 150 cm³ Butanol bis zur Neutralisation gespült. Bei 110° getrocknet, mit 160 cm³ Butanol angesetzt. Es wurden 17,0 g Al eingesetzt, da die Legierung nach Versuch 8/3 68,2 % Al entspricht. 2 Ltr. H₂ sind zu erwarten. Apparatur mit H₂ gespült.

Anfang

14 ⁴⁵ Uhr	aufgeheizt
14 ⁵⁵ "	2,0 Ltr. Gas
15 ⁰⁰ "	2,92 " "
15 ¹⁵ "	5,52 " "
15 ³⁰ "	7,64 " "
15 ⁴⁵ "	9,41 " "
16 ⁰⁰ "	10,82 " "

16 ³⁰	Uhr	13,02	Ltr. Gas	
17 ⁰⁰	"	14,34	" "	
18 ⁰⁰	"	16,43	" "	
20 ⁰⁰	"	18,15	" "	
21 ⁰⁰	"	18,81	" "	Versuch abgestellt.

Hier wurde der Versuch offenbar zu früh abgestellt.

Gasprobe	CO ₂	CnHm	O ₂	CO	H ₂	N ₂
	1,7	0,5	0,6	0,0	95,1	2,1

CO₂-O₂-N₂-Werte in Folge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 18,81 Ltr. Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 17,62 Ltr. H₂ entstanden. Demnach 13,2 g Al umgesetzt = 78 % Umsatz bei 17,0 g Al-Einsatz.

Rückstand bei 110° getrocknet = 10,0 g. 25 g Einsatz - 10 g Rückstand = 15 g Al Umsatz = 88 % Umsatz bei 17 g Al-Einsatz.

Versuch 8/3 HgCl₂ - Jod-Aktivierung zeigte nach 6 3/4 Std. einem Umsatz von 14,2 g Al

Versuch 8/4 HCl-Gas-Aktivierung " " 6 3/4 " " " von 13,9 g Al

Versuch 8/5 HCl-haltiger Butylalk.-Aktiv. " 6 3/4 " " " von 13,4 g Al.

3.) Probe B grob, Klassierung > 4 mm

Versuch 8 vom 5.12.1946

Aufgabe

Probe B vom 17.11.1946 grob Klassierung > 4 mm im Gegensatz zu den anderen Klassierungen auf Umsatzmöglichkeiten einsetzen.

Versuch

25 g Legierung > 4 mm wurden mit 50 cm³ Butanol, in dem je 50 mg HgCl₂ und Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Insgesamt 161 cm³ Butanol zugegeben. Al-Gehalt = 71,5 %. Es wurden mithin 17,9 g Al eingesetzt. 23,8 Ltr. H₂ sind zu erwarten. Apparat vorher mit H₂ gespült.

Anfang

12 ⁵⁵	Uhr	aufgeheizt
13 ⁰⁰	"	0,93 Ltr. Gas, starke Reaktionsgeschwindigkeit
13 ⁰⁵	"	3,53 " "
13 ¹⁰	"	5,19 " "
13 ¹⁵	"	5,76 " "

13 ³⁰ Uhr	7,60 Ltr. Gas	
13 ⁴⁵ "	9,07 " "	
14 ⁰⁰ "	10,38 " "	
14 ¹⁵ "	11,52 " "	
14 ³⁰ "	12,58 " "	
15 ⁰⁰ "	14,34 " "	
15 ³⁰ "	15,71 " "	
16 ⁰⁰ "	16,73 " "	
16 ³⁰ "	17,47 " "	
17 ¹⁵ "	18,20 " "	(1. Probe)
19 ⁰⁰ "	19,66 " "	
21 ¹⁵ "	21,02 " "	

6.12.1946

12⁵⁰ Uhr 21,92 " "

Durch Ausbleiben des Gasdruckes mußte um 2⁵⁰ Uhr der Versuch abgestellt werden.

Gasprobe	CO ₂	CnHm	O ₂	CO	H ₂	ChH ₂ n+2	l
	2,2	0,0	1,0	0,0	91,0	0,6	5

CO₂-O₂-N₂-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 21,92 Ltr. Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 20,73 Ltr. H₂ = 87,2 % Umsatz bei 23,8 Ltr. zu erwartenden H₂.

Rückstand konnte mit den Fingern zerdrückt werden.

Eine Trübung der Butallosung ist nicht eingetreten.

Infolge Ausbleiben des Gases wird der Versuch wiederholt.

Versuch 8 Wiederholung vom 6.12.1946

Aufgabe

Wie Versuch 8

Versuch

25 g Legierung Probe grob vom 17.11.1946, Klassierung > 4 mm, wurden mit 50 cm³ Butanol, in dem je 50 mg HgCl₂ und Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Insgesamt 161 cm³ Butanol zugegeben. Da auf Grund von Versuch 8 mindestens eine Legierung von 60 %-igem Al vorgelegen haben muß, wurden nachträglich 33 cm³ Butanol zugegeben.

Analyse (S₂hefels)

Al	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Mg	Ni	Pb
71,5	6,7	5,6	5,7	6,8	2,5	0,1	0,5	0,6

Nach Analyse (Sohfelds) wurden 17,9 g Al eingesetzt. Es sind demnach 23,8-Litr. H₂ zu erwarten. Apparatur wurde vorher mit H₂ gespült.

Anfang

12 ⁰⁰ Uhr	aufgeheizt, leichte milchige Trübung.
12 ¹⁰ "	2,64 Ltr. Gas
12 ¹⁵ "	4,46 " "
12 ³⁰ "	7,01 " "
12 ⁴⁵ "	8,62 " "
13 ⁰⁰ "	9,97 " "
13 ¹⁵ "	11,20 " "
13 ³⁰ "	12,33 " "
14 ⁰⁰ "	14,28 " "
14 ³⁰ "	15,89 " "
15 ⁰⁰ "	17,25 " "
15 ³⁰ "	18,25 " "
16 ⁰⁰ "	19,14 " "
17 ⁰⁰ "	20,42 " " (1. Probe)
19 ⁴⁰ "	22,32 " "
21 ⁵⁰ "	23,10 " "

7.12.1946 durchgelaufen

8²⁵ Uhr 24,25 Ltr. Gas

Nochmals 50 cm³ Butanol zugegeben.

9⁰⁰ Uhr 24,43 Ltr. Gas

10⁰⁰ " 24,51 " " Versuch abgestellt.

Gasprobe	CO ₂	CnHm	O ₂	CO	H ₂	CnH _{2n} + 2	N ₂
	1,1	0,0	0,2	0,0	96,7	0,0	2,0

Insgesamt 24,51 Ltr. Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 23,32 = 98 % Umsatz bei 23,8 Ltr. theor. H₂-Menge.

CO₂-O₂-N₂-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Rückstand bei 110° getrocknet = 7,8 g. Demnach sind 17,2 g Al umgesetzt = 96,2 % Umsatz bei 17,9 g Al-Einsatz.

Butallösung 262 g D₁₅ = 0,882 = 297 cm³ mit 47,2 Vol.-% Butal = 113 cm³ = 108,6 g Butal + 1. Probe = 7,8 g Butal = insgesamt 116,4 g Butal. Dies entspricht 12,75 g Al = 71,3 % Umsatz bei 14,9 g Al-Einsatz.

Analyse Rückstand (Scheerels)

<u>Al</u>	<u>Si</u>	<u>Zn</u>	<u>Cu</u>	<u>Fe</u>	<u>Mn</u>	<u>Hg</u>	<u>U</u>	<u>Pb</u>
46,6	15,1	5,7	11,1	15,2	5,1	< 0,1	0,6	0,5

Formel (Haferkamp)

$28,5 : 53,4 = 53,2$

$U = 100 - 53,2 : 71,5 = \underline{65,6 \%}$

Tabellarische Übersicht der Versuche mit Eritwerkschrott
(aus der 1. Mitteilung)

Pb 0,5	Versuch- Nr.	P r o b e	Bedingungen	% Umsatz	Laufr- zeit in h	Bemerkungen
	2	A fein v.17. 11.1946	0,4 % HgCl ₂ -Akt.	52 ^x	9	52,5 % Al auf Grund Ertw.-Analyse ange- nommen
	4	" " " - 2 mm gemörs.	" " " Reproduktion v. Nr. 2	47	8	
	6 a	A fein v.17. 11.1946	Akt. mit HCl-Gas trocken	47	8	U = 53 % nach Rück- stand
	a w	" " "	" " "	53	18	U = 61 % nach Rück- stand
	7	" " "	HgCl ₂ +J ₂ -Aktiv. (0,8 % ?)	54	2 3/4	nicht aus reagiert Rückstand weiter untersucht. Rückst. feinst gemörsert u. neu aktiviert ergab keine ernönte Aus- beute
	9/2	A fein v.17. 11.1946 68,7 % Al	24 Std. bei 200° getempert	58	2 1/4	U = 36,4 % nach Rück- stand
	9	A fein v.17. 11.1946 0,5 - 3 mm	HgCl ₂ + J ₂ - Aktiv.	41,2	3 1/4	U = 42,7 % nach But- talmenge berechnet
	8/2	B grob < 0,5 mm 65 % Al	HgCl ₂ +J ₂ -Akt.	58	3	U = 79 % nach Rückst. Im Rückstand 50,2 % Al U = 62,5 % nach Rück- stand U = 45,5 nach Formel Haferkamp
<p>Formel lautet $x = \frac{\text{Rest} \cdot \text{Einsatz}}{\text{Rest Rückstand}} \times 100$</p> <p>$U = \frac{100 - x}{\% \text{ Al Einsatz}}$</p>						
	8/3	B grob 0,5 - 4 mm	HgCl ₂ -Jod-Akt.	87,2	12	U = 82 % n. Rückst. U = 61,2 % n. For- mel (Haferkamp) U = 78,5 % n. Butal- menge
	8/4	" "	Vergleich zu Ver- such 8/3 jedoch HCl-Aktivierung	94	19	U = 97 % n. Rückst. U = 86 % n. Butalm.

Ver- such- Nr.	P r o b e	Bedingungen	% Umsatz	Lauf- zeit in-h	Bemerkungen
8/5	Probe B grob v. 17.11.1946 0,5 - 4 mm	Vergleich zu Ver- such 8/3 u. 8/4 jedoch Aktiv. mit HCl-haltigem Bu- tanol	78	6	U = 88 % n. Rückst.
8	Probe B grob v. 17.11.1946 >4 mm	HgCl ₂ -Jod-Akti- vierung	98,2	8	U = 96,2 % n. Rückst. U = 71,3 % n. Butal U = 65,6 % n. Formel (Haferkamp)

Wenn nicht anders vermerkt gilt der Umsatz berechnet auf
Grund H₂-Entwicklung.

Zusammenfassung der Mitteilung 1.

Bei den Versuchen wurde jeweils 25 g Legierung eingesetzt, die Glasapparatur mit Wasserstoff gespült und mit 50 cm³ HgCl₂-Jod-Butylalkoholösung (50 mg HgCl₂ + 50 mg Jod in 50 cm³ Butylalkohol) eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Hiernach wurde der gesamte Butylalkohol zugegeben. Für 27 g = 1 g Al wurden 222 g Butanol und für den zu erwartenden Wasserstoff 1,5 cm³ Butanol zusätzlich zugegeben. Ein Vergleich von Versuch 4 mit 6 a zeigt, daß die Aktivierung mit trockenem HCl-Gas der HgCl₂-Aktivierung gleichwertig ist. In beiden Fällen erhält man 47 % Umsatz bei 8 stündiger Laufzeit auf Grund der entwickelten Wasserstoffmenge. Der Versuch 8/4 mit Probe grob vom 17.11.1946 zeigt das gleiche Ergebnis (siehe Tafel 2). Der auf Tafel 2 blau gezeichnete Kurvenverlauf stellt die Aktivierung mit alkoholischer Salzsäure dar (Versuch 8/5). Nach 6 1/4 Stunde war bei

Versuch 8/3	HgCl ₂ -Aktivierung	ungefähr 80 %	der Theorie umgesetzt
" 8/4	HCl-Gas-Aktivierung	80 %	" " "
" 8/5	aktiviert mit HCl-	80 %	" " "
	haltigem Butylalkohol		

In Versuch 9/2 sollte durch 24 stündiges Tempern bei 200° der Probe A fein der Anteil an echt gelöstem Kupfer in Aluminium erhöht werden. Auf Seite 46 der 2. Mitteilung ist der Einfluß des Kupfers bei der Auflösung von kupferhaltigen Aluminiumlegierungen erörtert. Danach sind bis zu 5,65 % Kupfer in Aluminium in festem Zustand lösbar. Bei rascher Erstarrung kann sich das Gleichgewicht von Kupfer und Aluminium nicht vollständig einstellen, so daß eine geringere Menge Kupfer im Aluminium in fester Lösung übergeht. Aus diesem Grunde wird der Kupfergehalt der CuAl-Legierung meist unter 5 % gehalten, um die Ausseigerung harter, spröder Cu-Aluminium-Kristalle zu vermeiden. Gerade diese Kristalle binden, wie auf Seite 46 der 2. Mitteilung ausgeführt wird, maximal 6,9 Gew.% Aluminium entsprechend der Verbindung CuAl₂, die sich so der Auflösung entziehen. In der Praxis arbeitet man aber mit einer verhältnismäßig raschen Erstarrung. Um die bei der schnellen Erstarrung und bei hohen Kupfergehalten besonders begünstigten spröden CuAl₂-Kristalle in echte Lösungen von Cu in Aluminium zu verwandeln, d.h. das eingefrorene Gleichgewicht wieder herzustellen, wurde das Material über 24 Stunden einer Temperung von 100 - 200° ausgesetzt. Trotzdem liegt das Ergebnis mit 58 % Umsatz nicht eindeutig über dem Normalumsatz von 50 - 54 % der nicht behandelten Proben. In Versuch 9 wurde die Klassierung 0,5 - 3 mm der Probe fein mit 41,2 % umgesetzt (Umsatz = 42,7 % nach Bu-

talmenge). Die Analysen des Materials A fein 0,5 - 3 mm mit

Al	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Mg	Ni	Pb
68,7	7,1	6,5	7,3	6,8	2,6	<0,1	0,4	0,5

läßt auf Grund unserer Grundlagenerkenntnisse höhere Umsätze erwarten. Mit diesem Versuch 9 kann direkt das Material des Versuchs 8/3 Probe B grob 0,5 - 4 mm verglichen werden. Der Umsatz ist hier bei gleicher Aktivierung 87,2 % (nach Butalmenge U = 78,5 %) Die Analyse dieser Probe B grob enthielt

Al	Si	Cu	Zn	Fe	Mg	Mg	Ni	Pb
65	9,1	5,3	5,1	11,6	2,7	<0,1	0,6	0,5

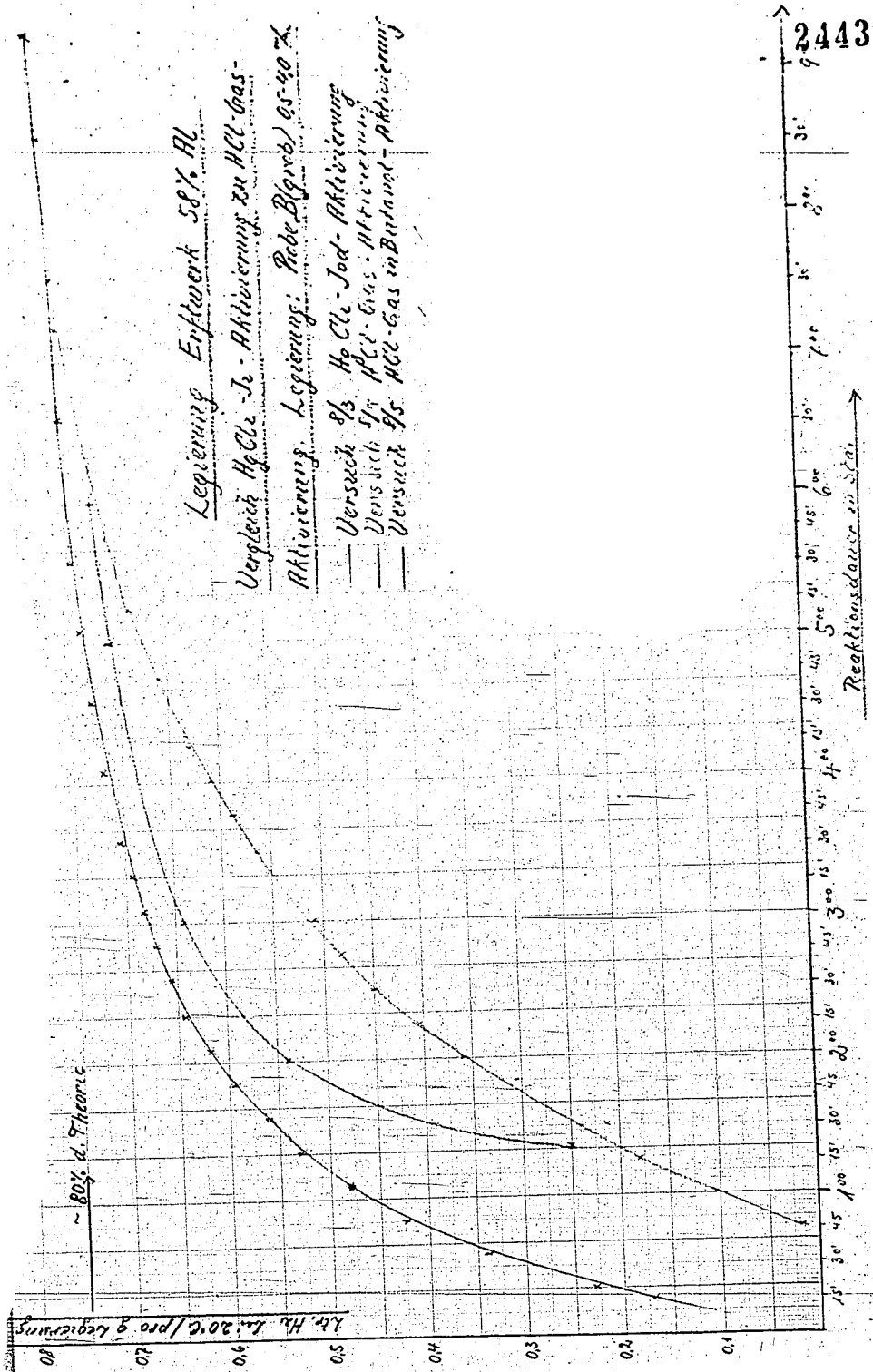
In den Versuchen 8/2, 8/3 und 8/4 wurden von der Probe B grob Klassierungen

< 0,5 mm	Aluminiumgehalt 65 %
0,5 - 4 mm	" - 68,2 %
> 4 mm	" 71,5 %

eingesetzt. Der Kupfergehalt dieser Klassierungen beträgt bei < 0,5 mm 6,5 %, bei > 4 mm 5,6 %. Auf Grund dieser nur in engen Grenzen streuenden Werte stellen die Umsatzzahlen bei

< 0,5 mm	58 % Umsatz
0,5 - 4 mm	87,2 % Umsatz
> 4 mm	94 % Umsatz

einen unverhältnismäßigen Anstieg dar.



Legierung Erftwert 58% Hg

Vergleich $HgCl_2 - J_2$ - Aktivierung zu HCl -Gas

Aktivierung. Legierung: Probe B(grob) 65-40%

— Versuch 8/3 $HgCl_2$ -Jod-Aktivierung

— Versuch 5/5 HCl -Gas-Aktivierung

— Versuch 5/5 HCl -Gas in Butanol-Aktivierung