

Versuche mit Seigerresten des Erftwerkes  
vom 20.12.1946

Nachdem in den voraufgegangenen Versuchen die Umsätze an Aluminium nicht zur vollen Zufriedenheit erreicht werden konnten, wurden am 20.12.1946 zwei neue Seigerrestproben beim Erftwerk direkt von der Halde genommen.

- A) Probe fein, die 80 - 90 % der Seigerreste darstellte.  
B) Probe grob, die 10 - 20 % der Seigerreste darstellte.

Analyse (Scheffels)	Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Mg	Ni	Pb	Al
Probe fein	10,4	13,8	7,8	13,3	4,5	0,1	0,6	0,5	49,0 %
Probe grob	9,7	15,8	8,7	11,0	3,3	0,1	0,5	5,6	50,3 %

Mit diesen beiden Proben wurden folgende Versuche mit nachstehenden Bedingungen und Resultaten durchgeführt.

A.) Probe fein

Versuch 11/1

23.12.46

Aufgabe

Erftprobe fein vom 20.12.46 unter HCl Aktivierung mit Butanol umsetzen.

Versuch

25 g Legierung (fein) eine halbe Stunde im HCl-Gasstrom aktiviert. Legierung anschließend gut mit Butanol gespült ( $p_H$  7,0). Insgesamt  $136 \text{ cm}^3$  Butanol zugegeben +  $33 \text{ cm}^3$  Butanol für 17,5 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff.

Anfang 11<sup>45</sup> Uhr

mit kleiner Flamme aufgeheizt

1	11 <sup>55</sup>	"	milchige Trübung 2,27 Ltr. Gas			
	12 <sup>00</sup>	"	3,22 " "			
	12 <sup>15</sup>	"	4,39 " "			
	12 <sup>30</sup>	"	4,89 " "			
	13 <sup>00</sup>	"	5,39 " "			
	13 <sup>30</sup>	"	5,71 " "			
	14 <sup>00</sup>	"	5,91 " "			
	15 <sup>00</sup>	"	6,17 " "			
	16 <sup>30</sup>	"	6,30 " " Versuch beendet.			

Gasprobe.

CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
4,2	0,0	3,5	5,3	74,5	12,5

Insgesamt 6,30 Ltr. Gas minus 1,1 Ltr. Expansion = 5,2 Ltr. Gas  
mit 74,5 % H<sub>2</sub> = 3,9 Ltr. H<sub>2</sub> = 2,9 g Aluminium. Umsatz an Aluminium

bei 2,9 g : 12,25 g Aluminiumeinsatz = 23,5 %  
Das als Sperrflüssigkeit nur Leitungswasser genommen wurde, sind die  $CO_2-O_2-N_2$ -Werte zu erklären.

Versuch 11/2

27.12.46

Aufgabe

Im Gegensatz zu Versuch 11/1 mit  $HgCl_2$ -Jod aktiviert

Voruch

15 g Legierung fein vom 20.12.46 mit 30 cm<sup>3</sup> Butylalkohol, in dem 50 mg  $HgCl_2$  und 50 mg Jod gelöst waren, in der Kälte eine halbe Stunde aktiviert. Insgesamt 84 cm<sup>3</sup> + 20 cm<sup>3</sup> Butylalkohol für 10,5 zu erwartenden Wasserstoff zugegeben.

Anfang

9 <sup>45</sup> Uhr	mit kleiner Flamme aufgeheizt	
9 <sup>55</sup> "	milchige Trübung	2,44 Ltr. Gas
10 <sup>00</sup> "		2,90 " "
10 <sup>15</sup> "		3,52 " "
10 <sup>30</sup> "		3,81 " "
10 <sup>45</sup> "		3,99 " "
11 <sup>00</sup> "		4,12 " " beendet.

Gasprobe

$CO_2$	CnHm	$O_2$	CO	$H_2$	$N_2$
--------	------	-------	----	-------	-------

1,5    0,0    5,6    0,0    71,9    21,0

Insgesamt 4,12 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 3,02 Ltr. mit 71,7  $H_2$  = 2,17 Ltr.  $H_2$  = 1,62 g Al. Umsatz = 1,62 g : 7,35 g Aluminiumeinsatz = 22 %.

$CO_2-O_2-N_2$ -Werte sind wie in Versuch 11/1 durch die Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Versuch 11/4

30.12.46

Aufgabe

Durch Temperung der Probe fein vom 20.12.46 über 24 Stunden bei 240° einmal den  $H_2O$ -Gehalt (siehe Trübung der Versuche 11/1 und 11/2) zu entfernen und zweites hierdurch das evtl. Vorhandensein eines Eutektikums  $CuAl_2$  zum stabilen bzw. gelösten Zustand zu deformieren.

Versuch

15 g Legierung fein vom 20.12.46 24 Stunden bei 240° getempert, dann mit 30 cm<sup>3</sup> Butylalkohol, in dem 50 mg  $HgCl_2$  und 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte voraktiviert. Apparatur vorher mit  $H_2$  gespült. Insgesamt 84 cm<sup>3</sup> + 20 cm<sup>3</sup> Butan für 10,5 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff zugegeben.

Anfang	Uhr		
12 <sup>30</sup>		mit kleiner Flamme aufgeheizt	
12 <sup>40</sup>	"	schwach milchige Trübung	2,32 Ltr. Gas
12 <sup>45</sup>	"		2,97 " "
13 <sup>00</sup>	"		3,69 " "
13 <sup>15</sup>	"		3,99 " "
13 <sup>45</sup>	"		4,29 " "
14 <sup>45</sup>	"		4,52 " " beendet.

Gasanalyse	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	1,8	0,0	7,3	0,0	64,3	26,6

Gesamtgas 4,52 Ltr. - 1,1 Ltr. Expansion = 3,42 Ltr. = 2,2 Ltr. H<sub>2</sub>  
 = 1,65 g Al : 7,35 g Al-Einsatz = 22,5 % Umsatz.

Nochmals mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem je 50 mg HgCl<sub>2</sub> und Jod gelöst waren, eine halbe Stunde nachaktiviert. Nach einer Stunde 1,17 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion. Einxx weiterer Umsatz ist durch die Nachaktivierung mithin nicht eingetreten.

Der CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Gehalt ist durch die Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Versuch 11/5

2.1.47

Aufgabe

Probe fein vom 20.12.46 durch starkes Stampfen zerkleinert, um durch Kaltreckung eine Deformierung des evtl. vorliegenden Eutektikums CuAl<sub>2</sub> zu erzielen und dadurch Umsatz steigern.

Versuch

15 g Legierung fein vom 20.12.46 durch starkes Stampfen zerkleinert und mit 30 cm<sup>3</sup> Butylalkohol, in dem je 50 mg HgCl<sub>2</sub> und Jod gelöst waren, eine halbe Stunde kalt aktiviert. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. Insgesamt 84 cm<sup>3</sup> + 20 cm<sup>3</sup> Butanol für 10,5 Ltr. H<sub>2</sub>, der zu erwarten war, zugegeben.

Anfang

	Uhr		
13 <sup>15</sup>		aufgeheizt starke Reaktionsgeschwindigkeit	
13 <sup>25</sup>	"	milchige Trübung	3,8 Ltr. Gas
13 <sup>30</sup>	"		4,07 " "
13 <sup>45</sup>	"		4,30 " "
14 <sup>15</sup>	"		4,54 " "
15 <sup>30</sup>	"		4,92 " "
16 <sup>30</sup>	"		5,09 " "
17 <sup>30</sup>	"		5,15 " " beendet.

Gasanalyse	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	2,5	0,0	0,9	0,0	93,9	2,7

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>-Gehalt ist durch die Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 5,15 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 4,05 Ltr. mit 93,9 % = 3,8 Ltr. Wasserstoff = 2,85 g Aluminium. Umsatz = 2,85 g : 7,35 Aluminium-Einsatz = 39 %.

Rückstand

Stark zerfallen. mit Butanol gut gewaschen und bei 110° getrocknet = 11 g.

1) Rückstand eine halbe Stunde zum feinsten Pulver gemörserst. = 10 Nun mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem je 50 mg HgCl<sub>2</sub> und Jod gelöst waren eine halbe Stunde kalt aktiviert. Insgesamt 27 cm<sup>3</sup> + 6,5 cm<sup>3</sup> Butanol für 3,5 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff zugegeben.

Anfang

10 <sup>00</sup> Uhr	aufgeheizt
10 <sup>05</sup> "	1,5 Ltr. Gas
10 <sup>15</sup> "	1,54 Ltr. Gas keine weitere Gasentwicklung.

Gasprobe

CO <sub>2</sub>	OHM	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
2,5	0,0	1,8	0,0	88,1	7,6

1,54 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 0,44 Ltr. mit 88,1 % H<sub>2</sub> = 0,39 Ltr. H<sub>2</sub> für 10 g Einsatz.

Rückstand = 11 g = 0,43 Ltr. H<sub>2</sub> = 0,32 g Al + 2,85 g Al aus Versuch 11/5 = 3,17 g Al. Gesamtumsatz = 3,17 g : 7,35 g Aluminium-Einsatz = 43 %.

Versuch 12

8.1.1947

Aufgabe

Probe fein vom 20.12.46 kleiner als 0,5 mm pulverisiert, dann in fester Phase mit 0,1 % HgCl<sub>2</sub> eine halbe Stunde gut gemischt, um eine Amalgamierung der zu reagierenden Elemente Al und Zn zu erzielen und ~~z~~ dadurch die vorhandene Kieselsäure zu isolieren.

Versuch

Probe fein 0,5 % mm pulverisiert = 10 g mit 10 mg HgCl<sub>2</sub> in fester Phase eine halbe Stunde gut verrührt. Apparatur eine halbe Stunde mit H<sub>2</sub> gespült. Insgesamt 53 cm<sup>3</sup> + 13 cm<sup>3</sup> Butanol für 6,95 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff zugegeben.

Anfang:

13 <sup>15</sup> Uhr	mit kleiner Flamme aufgeheizt	
13 <sup>25</sup> "		
13 <sup>35</sup> "	milchige Trübung	1,26 Ltr. Gas
13 <sup>45</sup> "		1,94 " "
14 <sup>00</sup> "		3,34 " "
15 <sup>00</sup> "		3,36 " "
		3,38 " "

Gasanalyse

CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
1,8	0,0	1,9	0,0	86,8	9,5

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>-Werte infolge der Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 3,38 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 2,82 Ltr. Gas mit 86,8 % Wasserstoff = 1,96 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,46 g Al. Bei Einsatz von 4,9 g Al bedeutet dies ein Umsatz von 30 %.

Versuch 12/1

9.1.1947

Aufgabe

Wie in Versuch 12 allerdings mit Hg-Metall

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.1946 0,5 mm pulverisiert wurden eine halbe Stunde mit 10 g Hg-Metall gut verrieben. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. Insgesamt 53 cm<sup>3</sup> + 13 cm<sup>3</sup> Butanol für 6,95 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff zugegeben.

Anfang

10 <sup>15</sup> Uhr	aufgeheizt	
10 <sup>25</sup> "		
10 <sup>30</sup> "		3,2 Ltr. Gas
10 <sup>45</sup> "	milchige Trübung	3,38 " "
11 <sup>00</sup> "		3,40 " "
		3,41 " "

Gasprobe

CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
1,8	0,0	2,0	0,0	88,7	7,5

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte infolge der Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit.

Milchige Trübung enthielt 0,002 % SiO<sub>2</sub>.

Insgesamt 3,41 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 2,31 Ltr. Gas mit 88,7 % H<sub>2</sub> = 2,06 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,55 g Al. Al-Einsatz = 4,9 g entspricht einem Umsatz von 31,5 %.

Versuch 15

9.1.47

Aufgabe

Durch Entwässerung mit MÄK den Umsatz von Aluminium steigern.

Versuch

25 g Legierung fein vom 20.12.46 mit 200 cm<sup>3</sup> wasserfreiem MAK eine Stunde am Rückflußkühler gekocht (leichte milchige Trübung). Ein Teil des MAK abdestilliert, Rest abgegossen. Insgesamt 135 cm<sup>3</sup> + 32 cm<sup>3</sup> Butanol für 1,5 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff zugegeben. Mit je 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod in Butylalkohol gelöst eine halbe Stunde aktiviert. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült.

Anfang

13 <sup>15</sup> Uhr	mit kleiner Flamme aufgeheizt		
13 <sup>25</sup> "			
13 <sup>45</sup> "			1,27 Ltr. Gas
13 <sup>50</sup> "	weisse Trübung		1,31 " "
14 <sup>00</sup> "	Reaktion wieder eingesetzt		
14 <sup>15</sup> "	starke Trübung		1,72 " "
14 <sup>30</sup> "			2,57 " "
15 <sup>00</sup> "			3,11 " "
			3,18 " "

Nun trübe Alkohol-Butyllösung abgegossen, mit Alkoholl gespült und nochmals mit 50 cm<sup>3</sup> HgCl<sub>2</sub>-Jod-Butylalkohol-Lösung eine halbe Stunde aktiviert. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. Insgesamt 167 cm<sup>3</sup> Butanol zugeben.

Anfang

16 <sup>00</sup> Uhr	aufgeheizt		
16 <sup>10</sup> "			
16 <sup>15</sup> "			4,45 Ltr. Gas
16 <sup>30</sup> "	weisse Trübung		4,47 " "
16 <sup>40</sup> "	Legierung war festgebacken. wurde durch Umschütten wieder gelockert. Neue Wasserstoffentwicklung.		
16 <sup>50</sup> "			4,76 Ltr. Gas
17 <sup>30</sup> "			4,99 " "
			5,24 " "

Gasprobe

CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
3,2	0,0	5,2	0,0	73,1	18,5

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte durch Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 524 Ltr. Gas - 2,2 Ltr. Expansion (2-maliges Aufheizen) = 3,04 Ltr. mit 73,1 % H<sub>2</sub> = 2,23 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,67 g Al. Al-Einsatz = 12,25 g entspricht einem Umsatz von 13,6 %. Schlechter Umsatz durch Entwässerung mit MAK. Verleiche Versuch 11/2.

Versuch 42

7.2.47

Aufgabe

Unter den bisher günstigsten Errangung Probe fein vom 20.12.46 mit

Reinaluminium-Zusatz ansetzen.

Versuch

25 g Probe rein vom 20.12.46 mit 49 % Al-Gehalt unter Zusatz von 7,5 g = 30 % bezogen auf Legierung Reinaluminium Probe 2 Dujardin angesetzt, in-dem die 25 g Legierung mit 50 cm<sup>3</sup> Butanol-Lösung mit 150 mg CCl2 eine Viertelstunde voraktiviert wurde und anschließend die 7,5 g Reinaluminium zugegeben. Insgesamt 203 cm<sup>3</sup> Butanol + 49 cm<sup>3</sup> für 26,4 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff zugegeben. Apparatur nur eine Viertelstunde mit H<sub>2</sub> gespült, da Reaktion einsetzte.

Anfang

14 <sup>45</sup> Uhr	aurgeneizt	Gastemperatur	Eintritt Gasflasche	16,5 <sup>o</sup>
14 <sup>50</sup> "	milchige Trübung	2,07 Ltr. Gas	Temperatur	16,5 <sup>o</sup>
14 <sup>55</sup> "	Ansatz dunkel	5,44 " "	" "	17,2 <sup>o</sup>
15 <sup>00</sup> "		13,04 " "	" "	16,2 <sup>o</sup>
15 <sup>05</sup> "		14,94 " "	" "	16,2 <sup>o</sup>
15 <sup>10</sup> "		15,20 " "	" "	16,2 <sup>o</sup>
15 <sup>15</sup> "		15,31 " "	" "	16,0 <sup>o</sup>
16 <sup>00</sup> "		15,96 " "	" "	16,0 <sup>o</sup>
17 <sup>00</sup> "		16,40 " "	" "	16,0 <sup>o</sup>
18 <sup>30</sup> "		16,67 " "	" "	16,0 <sup>o</sup>
Durchgelaufen bis 8.2.47				
8 <sup>20</sup> Uhr		17,54 " "	" "	14,0 <sup>o</sup>
9 <sup>20</sup> "		17,55 " "	" "	14,5 <sup>o</sup> beenden

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	0,0	0,0	2,8	0,0	87,0	10,2

Insgesamt 17,55 Ltr. Gas minus 1,0 Expansion = 16,55 Ltr. Gas. Da die O<sub>2</sub> und N<sub>2</sub>-Werte auf mangelhafte Wasserstoffspülung zurückzuführen sind müssen vom Gesamtgas 16,55 Ltr. ca. 0,5 Ltr. Gas in Abzug gebracht werden, sodaß 16,05 Ltr. als Wasserstoff zu werten sind. Für 7,5 g Reinaluminium sind 10,0 Ltr. Wasserstoff zu erwarten. 16,05 - 10,0 = 6,05 Ltr. Wasserstoff für Legierungen = 4,55 g Aluminium der Legierung umgesetzt. Bei einem Einsatz von 12,25 g Aluminium (Legierung) bedeutet dies ein Umsatz von 37,1 %.

Rückstand

4 x mit Butanol gespült und getrocknet = 20,6 g. Demnach sind 4,4 g der Legierung umgesetzt = 36 % Al-Umsatz. Butallösung + Spulbutanol des Rückstandes insgesamt 450 cm<sup>3</sup>. Dichte bei 15<sup>o</sup> = 0,848 = 25,4 Vol. % Butal = 110 g Butal. Dies entspricht 12,1 g Aluminium. Wenn für Reinaluminiumzusatz 7,5 g in Abzug gebracht werden, so wurden auf Grund der vorliegenden Butalmenge 4,6 g Aluminium aus der Legierung herausgelöst. Dies entspricht bei einem Einsatz von 12,25 g

Aluminium einen Umsatz von 37,5 %.

Fortsetzung

8.2.47

Rückstand bei 20,5 g leicht zerdrückt und mit 100 mg Quecksilberchlorid in Butanol gelöst eine halbe Stunde voraktiviert. Insgesamt 80 cm<sup>3</sup> + 19 cm<sup>3</sup> Butanol für 10,3 Ltr. zu erwartenden Wasserstoff zugegeben. 20,5 g Rückstand enthalten 7,75 g Aluminium.

Anfang

13 <sup>15</sup> Uhr	aufgeheizt
14 <sup>00</sup> "	1,1 Ltr. Gas Temperatur Gaseintr. Uhr 15 <sup>0</sup>
9.2.47	
8 <sup>00</sup> Uhr	1,45 Ltr. Gas
11 <sup>15</sup> "	1,46 " "
10.2.47	
8 <sup>00</sup> Uhr	1,46 " " also keine H <sub>2</sub> -Entwicklung mehr

Nach Abkühlung 0,44 Ltr. Wasserstoff = 0,33 g Aluminium. Bisher 4,9 g Al umgesetzt + 0,33 g Al = 5,23 g Al = Gesamtumsatz von 42 %.

Versuch 42 a

10.2.47

Aufgabe

Vergleichsversuch zu Versuch 42 allerdings ohne Reinaluminiumzusatz.

Versuch

25 g Legierung fein vom Erftwerk 20.12.46 mit 30 cm<sup>3</sup> Butanollösung (150 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst) eine halbe Stunde in der Kälte voraktiviert. Insgesamt 155 cm<sup>3</sup> Butanol zugesetzt. Zu erwarten waren 16,4 Ltr. Wasserstoff.

Anfang

10 <sup>20</sup> Uhr	aufgeheizt. Beim Aufheizen starke graue Trübung
10 <sup>30</sup> "	3,54 Ltr. Gas
10 <sup>45</sup> "	4,85 " "
11 <sup>00</sup> "	5,30 " "
11 <sup>30</sup> "	5,79 " "
12 <sup>00</sup> "	6,10 " "
12 <sup>30</sup> "	6,31 " "
13 <sup>30</sup> "	6,61 " "
14 <sup>30</sup> "	6,83 " "
15 <sup>30</sup> "	6,99 " "
17 <sup>00</sup> "	7,16 " "

Durchgelaufen bis 11.2.1947.

6 <sup>30</sup> Uhr	7,62 Ltr. Gas Ansatz leicht trübe, Trübung nicht schwarz, sondern weiß.
8 <sup>30</sup> "	7,64 " " Versuch beendet.

Gasprobe

CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	Co	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
0,1	0,0	4,5	0,0	78,9	16,5



2448

Infolge mangelhafter  $H_2$ -Spülung, die durch frühzeitigen Reaktions-  
eintritt bedingt war, ist im Reaktionsgefäß noch Luft verblieben.  
Gesamtgas = 7,64 Ltr. - 1,09 Ltr. Expansion = 6,55 Ltr.  $H_2$  = 4,9 g Al.  
Bei einem Einsatz von 12,25 g Al entspricht dies einem Umsatz von 40 %.

Butalbilanz  
130  $cm^3$  Butalösung mit einer Dichte bei  $15^\circ$  von 0,86 entspricht 33  
Vol.-% Butal = 43  $cm^3$  = 41,5 g Butal. 41,5 g Butal entsprechen 4,55 g  
Al = 37 % Umsatz bei 12,25 g Einsatz (Aluminium).

Rückstand  
Gut mit Alkohol gespült und anschließend getrocknet = 20,8 g. Mithin  
sind 4,2 g Al umgesetzt. Dies entspricht einem Umsatz von 34,5 % bei  
12,25 g Aluminiumeinsatz. Die feinere Körnung war unstabil und konnte  
mit den Fingern leicht zerdrückt werden, wogegen die gröbere Körnung  
stabil war.

*Hydrazin für geringe Leberwerte keine Ursache der geringen*

Die Probe Erftwerk fein vom 20.12.46 wurde in drei Fraktionen klassiert.

Klassierung

- 1.) < 0,5 mm = 11,1 %
- 2.) 0,5 - 2 mm = 38,4 %
- 3.) > 2 mm = 50,5 %

A 1) Versuche mit Probe fein Klassierung 0,5 mm

Versuch 12/2

Aufgabe

Durch Klassierung der Probe fein eine Erhöhung des Umsatzes von Aluminium zu erzielen.

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.46 0,5 mm mit 30 cm<sup>3</sup> Butanollosung, in der je 50 mg HgCl<sub>2</sub> + 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Insgesamt 66 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben.

Anfang

14 <sup>15</sup> Uhr	aufgeheizt
14 <sup>25</sup> "	2,12 Ltr. Gas
14 <sup>45</sup> "	2,35 " "
15 <sup>00</sup> "	2,40 " "
15 <sup>30</sup> "	2,47 " "

Gasprobe

CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
2,8	0,0	0,3	5,0	95,7	1,2

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte sind infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 2,47 Ltr. Gas - 1,0 Ltr. Expansion = 1,47 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,10 g Al = 22,5 % Umsatz. bei 4,9 g Aluminiumeinsetzung.

A 2) Versuche mit Probe fein Klassierung 0,5 - 2 mm

Versuch 12/3

Aufgabe

Durch Klassierung der Probe fein eine Erhöhung des Umsatzes an Aluminium zu erzielen.

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.46 0,5 - 2 mm mit 30 cm<sup>3</sup> Butanollosung, in der je 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte voraktiviert. Insgesamt 66 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben.

Anfang

10 <sup>15</sup> Uhr	aufgeheizt
10 <sup>25</sup> "	2,14 Ltr. Gas
10 <sup>45</sup> "	2,78 " "
11 <sup>00</sup> "	2,92 " "
11 <sup>15</sup> "	3,00 " "
11 <sup>30</sup> "	3,06 " "
11 <sup>45</sup> "	3,10 " "
12 <sup>00</sup> "	3,13 " "

<u>Gasprobe</u>	CO <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CnHm	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	0,7	0,2	0,0	0,0	97,0	2,1

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Gesamtgas 3,13 Ltr. - 1,1 Ltr. Expansion = 2,03 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,52 g Al. Dies entspricht einem Umsatz von 31 % bei einem Al-Einsatz von 4,9 g.

Versuch 12/4

Aufgabe

Durch Regelung der Reaktionstemperatur (Olbad) den Umsatz von Aluminium evtl. zu steigern.

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.46 0,5 - 2 mm mit 30 cm<sup>3</sup> Butanolösung in der 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte voraktiviert. Insgesamt 66 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben.

Anfang

13 <sup>30</sup> Uhr	im Olbad aufgeheizt		
	Temp. Olbad	Temp. Reak.-Gerät (innen)	
13 <sup>45</sup> "	90°	62°	
14 <sup>00</sup> "	92°	91°	1,34 Ltr. Gas
14 <sup>15</sup> "	94°	91°	1,84 " "
14 <sup>30</sup> "	94°	91°	2,04 " "
14 <sup>45</sup> "	100°	94°	2,22 " "
15 <sup>00</sup> "	100°	94°	2,30 " "
15 <sup>15</sup> "	105°	98°	2,50 " " Schwache Reaktion
15 <sup>30</sup> "	105°	99°	2,60 " "
15 <sup>45</sup> "	103°	98°	2,60 " " Siedeblass Produkt noch

Plotzlich keine Reaktion.

16 <sup>00</sup> Uhr	112°	102°	2,86 Ltr. Gas
16 <sup>15</sup> "	108°	102°	2,90 " "
16 <sup>30</sup> "	108°	102°	2,90 " "
durchgelaufen			
6 <sup>15</sup> Uhr	108 <sup>B</sup>	102°	3,20 " "

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	3,3	0,0	1,0	0,0	94,0	1,7

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrriusigkeit zu erklären.

Insgesamt 3,2 Ltr. Gas- 1,0 Ltr. Expansion = 2,2 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,65 g Al = 33,7 % Umsatz bei einem Einsatz von 4,9 g Al.

Zum Vergleich zu Versuch 12/3 keine Verbesserung zu verzeichnen.

Versuch 21 vom 17.1.1947

Aufgabe

Durch Zerstampen und anschließende Trocknung und Temperung der Probe fein 0,5 - 2 mm den Umsatz an Al steigern.

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.1946 0,5 - 2 mm zu Pulver im Aufbereitungsbrett zerstampft und anschließend zwei Stunden bei 320° getempert. Im Exsikkator über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> abkühlen lassen. Im Soxhlet-Apparat wurde die Legierung in einer Papierhülse, die vorher mit Butanol ausgekocht wurde, mit 30 cm<sup>3</sup> Butylalkohollösung, in der 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde kalt aktiviert. Theoretisch mussten 62,0 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben werden. Da der Hülusraum ca. 100 cm<sup>3</sup> Butanol benötigte, wurden insgesamt 162 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben.

Anfang

11 <sup>30</sup> Uhr	aufgeheizt	
11 <sup>40</sup> "		1,2 Ltr. Gas
12 <sup>07</sup> "	1. Abheberung	2,9 " " leichte Trübung.

Durch 1. Abheberung entstand eine Kontraktion von 0,25 Ltr., die je nach Stärke der Heizung mehr oder weniger beträgt. Durch 1. Abheberung wurden die feinen Staubeilchen der Legierung, die durch die H<sub>2</sub> Entwicklung aufgewirbelt wurden, in den Kolben gespült. Es zeigten sich auch am oberen Rand der Glasnülse weiße Abscheidungen. Al(OH)<sub>3</sub>? Die Papierhülse befand sich in einer besonders angefertig.

ten durchlöchernten Glashülse.

12 <sup>30</sup>	Uhr	keine Trübung	3,06 Ltr. Gas	2. Abheberung
12 <sup>44</sup>	"	"	3,12 " "	3. Abheberung
12 <sup>55</sup>	"	"	3,15 " "	4. Abheberung
13 <sup>06</sup>	"	"	3,18 " "	5. Abheberung

Nach Abkühlung 1,9 Ltr.  $\times 0,972 = f$  der Uhr = 1,85 Ltr.  $H_2 = 1,39$  g Al = 28,3% Umsatz bei 4,9 g Al-Einsatz.

Keine wesentlichen Vorteile gegenüber Versuch 12/3 im Reaktionskolben. Da auch trotz Temperung eine Trübung entstand, kann angenommen werden, dass eine katalytische Spaltung des Butanols zu Butylen und Wasser entstanden ist. Es wäre daher ratsam, die Legierung unter  $N_2$  zu schmelzen, um dadurch die katalytische Wirkung auszuschalten.

#### Wiederholung

5 g Einsatz der Probe fein vom 20.12.1946 0,5 - 2 mm ebenfalls zu Pulver zerstampft und bei  $320^\circ$  2 Stunden getempert. Bedingungen wie Versuch 21. Insgesamt  $150 \text{ cm}^3$  Butanol + Aktivator zugeben und eine halbe Stunde voraktiviert.

#### Anfang

15 <sup>20</sup>	Uhr	aufgeheizt		
15 <sup>32</sup>	"	1. Abheberung	1,8 Ltr. Gas	
15 <sup>42</sup>	"	2. " "	1,92 " "	
15 <sup>51</sup>	"	3. Abheberung	1,96 " "	
17 <sup>30</sup>	"		2,06 " "	

Nach Abkühlung 0,96 Ltr.  $H_2 = 0,72$  g Al = 29,4% Umsatz bei 2,45 g Al-Einsatz. Auch hierin wird wie in Versuch 21 der geringe Umsatz an Al bestätigt.

#### Versuch 29 vom 28.1.1947

#### Aufgabe

Mit  $HgCl_2$  voraktivierte Legierung Probe fein vom 20.12.1946 0,5 - 2 mm in Gegenwart von wenig HCl-haltigem Butylalkohol ansetzen, ob hierdurch die entstehende Trübung durch  $AlCl_3$ -Bildung weggenommen werden kann, nachdem NaOH in Butanol sich als unwirksam erwiesen hat.

Versuch

10 g Legierung Erftwerk fein vom 20.12.46 0,5 - 2 mm und 49 % Al-Gehalt mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde in Gegenwart von 1 cm<sup>3</sup> butylalkoholischer HCl = 0,11 g HCl voraktiviert. Insgesamt 50 cm<sup>3</sup> + 12 cm<sup>3</sup> Butanol für 6,5 Ltr. zu erwartenden H<sub>2</sub> zugegeben. Nach Zugabe der butylalkoholischer HCl leichte milchige Trübung.

Anfang

11 <sup>20</sup>	Uhr	aufgeheizt		
11 <sup>30</sup>	"	starke Reaktion	2,14 Ltr. Gas	Trübung nicht stärker
11 <sup>35</sup>	"		2,42 " "	Trübung schwächer als anfänglich
12 <sup>00</sup>	"		2,64 " "	(Gas ausgeblieben)
12 <sup>40</sup>	"		2,92 " "	
13 <sup>00</sup>	"		3,04 " "	
13 <sup>30</sup>	"		3,12 " "	
14 <sup>30</sup>	"		3,17 " "	
14 <sup>45</sup>	"		3,20 " "	

Wegen Gasschwankungen abgestellt. H<sub>2</sub>-Entwicklung war noch augenscheinlich zu beobachten. Ansatz fast klar. Bisher also 3,2 Ltr.

- 1,0 Ltr. Expansion = 2,2 Ltr. H<sub>2</sub> entwickelt = 1,6 g Al = 35,8 % Umsatz bei Einsatz von 4,9 g Aluminium. Obwohl die milchige Trübung durch Zusatz von HCl zu verhindern ist, kann hierdurch trotzdem der Umsatz an Aluminium nicht gesteigert werden. Vergleich Versuch 12/3. Versuch 29/1.

29.1.1937

Aufgabe

Wie in Versuch 29 allerdings mit einer größeren Menge HCl-haltigem Butylalkohol.

Versuch

10 g Legierung Probe fein vom 20.12.46 0,5 - 2 mm + 49 % Al-Gehalt mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, in Gegenwart von 10 cm<sup>3</sup> butylalkoholischer HCl = 1,1 g HCl, aktiviert. Insgesamt 50 cm<sup>3</sup> + 12 cm<sup>3</sup> Butanol für 6,5 Ltr zu erwartenden H<sub>2</sub>. Beim Aktivieren bereits schwache Reaktion.

Anfang

13 <sup>00</sup>	Uhr	Reaktion ohne Heizung		
13 <sup>30</sup>	"	ohne Heizung	0,09 Ltr. Gas	
13 <sup>30</sup>	"	aufgeheizt	schwache weiße Trübung	
13 <sup>45</sup>	"		2,55 Ltr. Gas	
14 <sup>00</sup>	"		2,77 " "	leichte Schäumung
14 <sup>15</sup>	"		2,84 " "	

Tiefkühlung durch Ausbleiben des Gasdruckes verunglückt.

16<sup>45</sup> Uhr aufgeheizt Ansatz unter Vakuum gestanden  
17<sup>15</sup> " " 2,89 Ltr. Gas  
17<sup>30</sup> " " 2,91 " "

Bisher 2,91 Ltr. - 1,0 Ltr. Expansion = 1,91 Ltr. Gas. Am 30.1.47

6<sup>15</sup> Uhr wieder aufgeheizt  
6<sup>45</sup> " 1,24 Ltr. Gas  
8<sup>45</sup> " 1,27 " " Trübung nur leicht

1,27 Ltr. Gas entstanden - 1,0 Ltr. Expansion = 0,27 Ltr. H<sub>2</sub>.  
Insgesamt also 1,91 + 0,27 = 2,18 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,64 g Al = 33,4 % Um-  
satz bei 4,9 g Aluminium-Einsatz. Obwohl auch hierbei eine milchige  
Trübung vermieden wurde, konnte eine Verbesserung des Umsatzes von  
Aluminium gegenüber Versuch 12/3 nicht erzielt werden.

Versuch 33 30.1.1947

Aufgabe

Ob durch Zugabe größerer Mengen HgCl<sub>2</sub> als Aktivator ein größerer  
Umsatz an Aluminium erzielt werden kann.

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.46 0,5 - 2 mm mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem  
500 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte vor-  
aktiviert. Insgesamt 50 + 12 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben. 6,5 Ltr. H<sub>2</sub> s.  
zu erwarten.

Anfang

14<sup>00</sup> Uhr aufgeheizt Nach 2 Minuten Aktivierung bereits starke  
milchige Trübung und Reaktion (große HgCl<sub>2</sub>  
Menge)  
14<sup>05</sup> " 2,60 Ltr. Gas starke weiße Trübung, weiße Nebel.  
14<sup>15</sup> " 3,10 " " "  
14<sup>45</sup> " 3,36 " " "  
15<sup>45</sup> " 3,45 " " "  
16<sup>30</sup> " 3,48 " " Versuch beendet.

Insgesamt 3,48 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 2,38 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,7  
g Al. Bei einem Einsatz von 4,9 g Aluminium entspricht dieses ein  
Umsatz von 36,4 %. Vergleich Versuch 12/3 und 12/4.

Rückstand feinst gemahlen und erneut unter Zusatz von HgCl<sub>2</sub>, Al-  
kohol (Butyl) angesetzt. Schwarz glänzende Flüssigkeit.

17<sup>30</sup> aufgeheizt Tiefschwarzer Ansatz. Flimmernde dunkle  
Teilchen nach dem Zerkleinern.

durchgelaufen

31.1.1947

8<sup>30</sup> Uhr 1,42 Ltr. Gas Über Nacht die Schwarzfärbung verschwin-  
den. Ansatz klar

10<sup>30</sup> " 1,50 " "

Insgesamt noch 1,5 Ltr.  $H_2$  entwickelt + 2,38 Ltr. = 3,88 Ltr. = 2,85 g Al = 58,2 % bei 4,9 g Aluminium-Einsatz.  
 Rückstand war im Kolben an der Glaswand festgebunden. Daher Ansatz nachträglich klar?

Da nicht mehr genau festgestellt werden kann, ob nach dem 2. Anfahren die Expansion von 1,1 Ltr. vorher in Abzug gebracht wurden, kann der Wert von 58,2 % Umsatz als fraglich angesehen werden.

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	4,1	3,4	9,7	0,0	44,5	38,8

Da durch zweimaliges Anfahren 2,2 Ltr. Luft im Gesamtgas enthalten waren, muss für O<sub>2</sub> 7,6 % und für H<sub>2</sub> 28,6 % abgezogen werden, sodass hieraus folgende Werte zu Grunde zu legen sind.

CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
6,3	5,2	3,2	0,0	69,3	16,0

CnHm-Wert sehr interessant. Versuch mit H<sub>2</sub> gespülter Apparatur wiederholen. Siehe Versuch 34.

Versuch 34

31.1.1947

Aufgabe

Da in vorherigen Versuchen durch Zerkleinerung der Legierung Vorteile erzielt wurden, nochmals eine Probe fein weitgehendst gemorsert und unter Normalbedingungen angesetzt.

Versuch

10 Legierung fein vom 20.12.46 0,5 - 2 mm feinst gepulvert. Mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Insgesamt 51 cm<sup>3</sup> + 12 cm<sup>3</sup> Butanol zugesetzt. 6,55 Ltr. H<sub>2</sub> sind zu erwarten.

Anfang

10 <sup>55</sup>	Uhr	Voraktivierung angesetzt
10 <sup>57</sup>	"	Reaktion eingeleitet
11 <sup>05</sup>	"	0,24 Ltr. Gas
11 <sup>25</sup>	"	0,77 " "
11 <sup>25</sup>	"	aufgeheizt
11 <sup>40</sup>	"	2,94 Ltr. Gas
11 <sup>55</sup>	"	3,05 " "
12 <sup>55</sup>	"	3,16 " "
13 <sup>25</sup>	"	3,26 " "
13 <sup>55</sup>	"	3,34 " "
14 <sup>25</sup>	"	3,43 " "
15 <sup>25</sup>	"	3,50 " "
16 <sup>25</sup>	"	3,57 " "
17 <sup>25</sup>	"	3,60 " " durchgelaufen bis 1.2.47



1.2.1947

7<sup>30</sup> 3,80 Ltr. Gas Versuch beendet.

Insgesamt 3,8 Ltr. - 1,0 Ltr. Expansion 2,8 Ltr. H<sub>2</sub> = 2,13 g Al = 44 % Ausbeute bei einem Einsatz von 4,9 g Aluminium.

Flüssigkeit durch Dekantation entfernt und Rückstand unter 30 cm<sup>3</sup> Butanol eine halbe Stunde gemorgert. Rückstand nochmals mit insgesamt 100 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, kalt aktiviert, danach aufgeheizt.

10<sup>40</sup> Uhr aufgeheizt

11<sup>00</sup> " 1,16 Ltr. Gas

11<sup>30</sup> " 1,18 " " beendet.

1,18 Ltr. H<sub>2</sub> - 1,0 Ltr. Expansion = 0,18 Ltr. H<sub>2</sub>. Keine wesentliche Steigerung zu erzielen.

Versuch 35 vom 1.2.1947.

Aufgabe:

In Gegenwart von Diäthylamin soll die entstehende milchige Trübung (AlOH<sub>3</sub>?) laufend gelöst werden und den Umsatz an Aluminium erhöhen.

Versuch

10 g Legierung fein vom 20.12.46 0,5-2 mm Korngrösse mit 21 ccm Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst wurden, in der Kälte 1/2 Stunde voraktiviert. Nun 44 ccm Diäthylamin-Butylalkohollösung, die 24 ccm Diäthylamin enthielt, und 21 ccm Butanol zugesetzt, so dass insgesamt 62 ccm Butanol zugegeben wurden. 6,55 Ltr. H<sub>2</sub> sind zu erwarten. Nach der Aktivierung entstand eine graue Ausflockung.

Anfang 9<sup>45</sup>Uhr

aufgeheizt

Beim Erreichen des Siedepunktes teilte sich die Ausflockung derart fein auf, dass der gesamte Ansatz milchig trübe wurde.

9<sup>55</sup> Uhr 1,25 Ltr. Gas

10<sup>00</sup> Uhr 1,30 Ltr. Gas

10<sup>05</sup> Uhr weisse Nebel und starke milchige Trübung

10<sup>15</sup> Uhr 2,12 Ltr. Gas, weisse Nebel und starke milchige Trübung.

10<sup>30</sup> Uhr 2,58 Ltr. Gas, " " " " " "

11<sup>00</sup> Uhr 2,88 Ltr. Gas " " " " " "

11<sup>30</sup> Uhr 3,00 Ltr. Gas starke milchige Trübung

12<sup>15</sup> Uhr 3,10 Ltr. Gas " " " " " "

12<sup>45</sup> Uhr 3,15 Ltr. Gas " " " " " "

3.1.47.6<sup>15</sup> Uhr wieder aufgeheizt

9<sup>00</sup> Uhr 1,36 Ltr. Gas

Am 1.2.47 wurden 3,15 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 2,05 Ltr.  
 Am 3.2.47 wurden 1,36 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 0,26 Ltr.  
 entwickelt = 2,31 Ltr. Wasserstoff (insgesamt). = 1,73 g Aluminium  
 = 35 % Umsatz bei 4,9 g Aluminium Einsatz.

Gasprobe.	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	4,3	0,2	11,7	0,0	34,1	49,7

CO<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären. Hohe O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte infolge 2-maligem Anfahren der Apparatur ohne H<sub>2</sub>-Spülung. Überstehende Flüssigkeit ist nach Abkühlung zur festen kristallinen Masse (milchig trübe) erstarrt.

Versuch 36. vom 3.2.1947

Aufgabe:

Durch Zusatz von Butal den Umsatz an Aluminium zu erhöhen.

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.36 0,5-2 mm Korngrösse mit 20 ccm Butanol und 10 ccm Butal, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, 1/2 Stunde kalt aktiviert. Insgesamt 62 ccm Butanol zugegeben. 6,55 Ltr. H<sub>2</sub> sind zu erwarten. Raumtemperatur um 10<sup>00</sup> Uhr = 15,0<sup>0</sup>C.

Anfang 10<sup>20</sup> Uhr

aufgeheizt

Nach 1 Minute bereits graue Trübung und sichtbare Nebelbildung. Vermutlich Butylen.

10 <sup>30</sup> Uhr	2,42 Ltr. Gas
10 <sup>45</sup> Uhr	2,84 Ltr. Gas
11 <sup>00</sup> Uhr	2,99 Ltr. Gas
11 <sup>15</sup> Uhr	3,08 Ltr. Gas
11 <sup>30</sup> Uhr	3,14 Ltr. Gas
11 <sup>45</sup> Uhr	3,20 Ltr. Gas
12 <sup>00</sup> Uhr	3,23 Ltr. Gas
13 <sup>00</sup> Uhr	3,32 Ltr. Gas
14 <sup>00</sup> Uhr	3,38 Ltr. Gas
15 <sup>00</sup> Uhr	3,42 Ltr. Gas
16 <sup>00</sup> Uhr	3,46 Ltr. Gas
17 <sup>15</sup> Uhr	3,49 Ltr. Gas

Insgesamt 3,49 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 2,39 Ltr. H<sub>2</sub> =  
 1,79 g Al. = 36,5 % Umsatz bei einem Einsatz von 4,9 g Al.

Versuch 37 Wiederholung vom 4.2.47

Aufgabe:

Unter Zusatz von Reinaluminium den Umsatz von Aluminium steigern, in dem vorerst 5 g Aluminium mit HgCl<sub>2</sub> voraktiviert wird, und nach der Aktivierung Reinaluminium zugesetzt.

Hierdurch wird verhindert, daß das  $HgCl_2$  nur vom Reinaluminium als Aktivierungsmittel verbraucht wird.

Versuch

5 g Probe fein Brttwerk 0,5 - 2 mm in 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 g  $HgCl_2$  gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte voraktiviert. Hierauf 5 g Reinaluminium zugeben. Insgesamt 97 cm<sup>3</sup> Butanol zugesetzt. 9,97 Ltr.  $H_2$  sind zu erwarten.

Anfang

8 <sup>05</sup> Uhr	aufgeheizt	leichte graue Trübung, die beim Aufheizen sofort stärker wurde. Nach 5 Minuten Ansatz bereits schwarz
8 <sup>15</sup>	"	3,50 Ltr. Gas
8 <sup>30</sup>	"	8,78 " "
8 <sup>45</sup>	"	8,83 " "
9 <sup>00</sup>	"	8,88 " "
10 <sup>00</sup>	"	8,98 " "
11 <sup>00</sup>	"	9,02 " "
12 <sup>00</sup>	"	9,07 " "
13 <sup>30</sup>	"	9,10 " "
14 <sup>00</sup>	"	9,11 " "
15 <sup>00</sup>	"	9,13 " " Zimmertemperatur 18,5°C.

Nach Abkühlung 8,04 Ltr. Gas. f der Uhr 1,08 = 8,68 Ltr.  $H_2$  = 6, Aluminium = 62 % Umsatz nach Abzug von 5 g Reinaluminium = 1,52 g : 2,45 g Aluminiumeinsatz. Temperatur des Gases Eintritt Uhr ? °C  
Alkoholgehalt des Gases ?

Versuch 38 vom 3.1.1947

Aufgabe

Aktivierung mit Natrium-Äthylat.

Versuch

10 g Legierung 0,5 - 2 mm Probe fein vom 20.12.46 mit 30 cm<sup>3</sup> Butan in dem ca. 0,5 g Natrium-Äthylat (alter Bestand braunes Pulver) gelöst waren, eine halbe Stunde voraktiviert. Insgesamt 62 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben. 6,55 Ltr.  $H_2$  sind zu erwarten.

Nach 3 1/2 Stunden waren 0,22 Ltr. Gas entstanden. Daher nochmals ca. 7 g Natrium-Äthylat in 50 cm<sup>3</sup> Äthylalkohol gelöst zugesetzt. Leichte Reaktion entstanden. Nach 15 Stunden 1,75 Ltr. Gas entstanden. Auch in Versuch 38 war kein wesentlicher Effekt zu verzeichnen. Äthylalkohol nicht absolut. Natriumäthylat gealtert.

Versuch 39/1 vom 5.2.1947

Aufgabe

erstens durch Pulverisieren und zweiten durch Zusatz von Reinaluminium Probe fein vom 20.12.46 weitgehendst umsetzen.

Versuch

10 g Legierung fein vom 20.12.46 0,5 - 2 mm feinst pulverisiert mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte voraktiviert. Anschließend 5 g Reinaluminium zugegeben. Insgesamt 123 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben. 13,2 Ltr. Wasserstoff sind zu erwarten.

Anfang

Uhr	aufgeweicht	
7 <sup>40</sup>	"	
7 <sup>50</sup>	"	5,5 Ltr. Gas Gastemperatur Uhreintritt 16,0°
8 <sup>00</sup>	"	9,33 " "
8 <sup>15</sup>	"	9,66 " "
8 <sup>30</sup>	"	9,70 " "
8 <sup>45</sup>	"	9,73 " "
9 <sup>30</sup>	"	9,80 " " Gastemperatur Uhreintritt 17,0°
11 <sup>30</sup>	"	9,87 " "
14 <sup>30</sup>	"	9,98 " "
15 <sup>00</sup>	"	9,985 " "

Nach Abkühlung 8,89 Ltr.  $\bar{x}$  f der Uhr = 1,08 = 9,6 Ltr. H<sub>2</sub> = 7,2 g Al.  
- 5,0 g Al. für Reinaluminiumzusatz = 2,2 g Al. Umsatz für Legierung bei 4,9 g Al-Einsatz entspricht dieses 45 % Umsatz.

A 3) Versuche mit Probe fein größer als 2 mm

Versuch 12/5

Aufgabe

Durch Klassierung der Probe fein vom 20.12.46 eine Erhöhung des Umsatzes an Aluminium zu erzielen.

Versuch

Probe fein vom 20.12.46 größer als 2 mm wurde mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Eingesetzt wurden 10 g Legierung. Insgesamt 66 cm<sup>3</sup> Butanol zugesetzt. 6,55 Ltr. Wasserstoff sind zu erwarten.

Anfang

8 <sup>55</sup>	Uhr	aufgeheizt
8 <sup>45</sup>	"	1,48 Ltr. Gas
9 <sup>00</sup>	"	2,65 " "
9 <sup>15</sup>	"	2,97 " "
9 <sup>30</sup>	"	3,17 " "
9 <sup>45</sup>	"	3,32 " "
10 <sup>00</sup>	"	3,44 " "
10 <sup>15</sup>	"	3,53 " "
10 <sup>30</sup>	"	3,61 " "
10 <sup>45</sup>	"	3,69 " "
11 <sup>00</sup>	"	3,75 " "
12 <sup>00</sup>	"	3,93 " "
13 <sup>00</sup>	"	4,04 " "
13 <sup>45</sup>	"	4,10 " "

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	4,5	0,0	0,6	0,0	93,7	1,2

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte sind durch die Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

4,1 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 3,0 Ltr. Gas mit 93,7 % H<sub>2</sub> = 2,82 Ltr. H<sub>2</sub> = 2,1 g Al = 43,2 % Umsatz bei 4,9 g Al-Einsatz.

Versuch 16/2 vom 13.1.1947

Aufgabe

Durchführung des Umsatzes von Aluminium im Soxhlet-Apparat, um hierdurch einmal, die bei der Reaktion entstehende weiße Ausscheidung auszuschalten und zweitens die Reaktion bei einer gleichmäßigen Temperatur durchzuführen.

Versuch

10 g der Probe fein vom 20.12.46 2 mm in Soxhletglashülse mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod gelöst waren eine halbe Stunde voraktiviert. In <sup>dem</sup> selben wurden 120 cm<sup>3</sup> Butanol gegeben.

Anfang

10 <sup>30</sup> Uhr	aufgeheizt
10 <sup>40</sup> "	1,1 Ltr. Gas, Siedepunkt des Butanols erreicht
10 <sup>49</sup> "	1,36 " " , 1. Abheberung, Trübung
10 <sup>56</sup> "	1,52 " " , 2. Abheberung, Abheberung klar geblieben
11 <sup>03</sup> "	1,82 " " , 3. " " " "
11 <sup>16</sup> "	2,37 " " , 5. " " " "
11 <sup>37</sup> "	2,72 " " , 7. " " " "
12 <sup>05</sup> "	3,00 " " , 10. " " " "
12 <sup>26</sup> "	3,14 " " , 13. " " " "
12 <sup>40</sup> "	3,23 " " , 15. " " " "
13 <sup>15</sup> "	3,39 " " , 20. " " " "
13 <sup>52</sup> "	3,50 " " , 25. " " " "
15 <sup>00</sup> "	3,68 " " " " " "
16 <sup>00</sup> "	3,81 " " " " " "
17 <sup>30</sup> "	3,90 " " " " " "

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	5,0	0,0	1,3	0,0	87,4	6,3

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit.

Nach 36-stündigem Stehen der Restlegierung in der Hülse hatte sich oberhalb der Legierung eine voluminöse, trübe Aufschlammung gebildet.

Analyse (Scheffels) ergab Al = 0,021, Zn 0,009 = 1 : 0,43 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0,040 ZnO = 0,012 = 1 : 0,3. Insgesamt 3,9 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion 2,8 Ltr. Gas mit 87,4 % H<sub>2</sub> = 2,45 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,82 g Al. Dieses entspricht einem Umsatz von 37 % bei 4,9 g Al Einsatz.

15.1.1947

Restlegierung unter frischem Butanol gepulvert und mit 150 cm<sup>3</sup> Butanol in Soxhlet (Papierhülse) nach Aktivierung über eine halbe Stunde mit 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod in 30 cm<sup>3</sup> gelöst, angesetzt

2456

Anfang

14<sup>45</sup> Uhr aufgeheizt  
 14<sup>50</sup> " 1,22 Ltr. Gas, 1. Abheberung  
 15<sup>00</sup> " 1,32 " " 2. " "  
 15<sup>30</sup> " keine weitere H<sub>2</sub>-Entwicklung

Durch nachträgliches Pulverisieren konnte eine Erhöhung des Umsatzes nicht erzielt werden.

Versuch 17 vom 13.1.1947

Aufgabe

Die bei der Reaktion entstehende weiße Trübung durch Kochen mit Butanol röstlos entzernern und durch anschließende Aktivierung und Zugabe von frischem Butanol einen weitgehenden Umsatz des Aluminiums erzielen.

Versuch

10 g Legierung der Probe fein vom 20.12.46 > 2 mm eine Stunde mit 67 cm<sup>3</sup> Butanol gekocht. Beim Kochen entstanden Reaktionsbläschen, die beim Erreichen des Siedepunktes stärker wurden. Alkohol abgegossen und mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde aktiviert. Insgesamt 66 cm<sup>3</sup> zugegeben.

Anfang

10<sup>00</sup> Uhr aufgeheizt  
 10<sup>10</sup> " 1,14 Ltr. Gas  
 10<sup>30</sup> " 1,36 " " stark trübe  
 10<sup>45</sup> " 1,91 " "  
 11<sup>00</sup> " 2,18 " "  
 11<sup>15</sup> " 2,34 " "  
 11<sup>30</sup> " 2,44 " "  
 11<sup>45</sup> " 2,55 " "  
 12<sup>00</sup> " 2,62 " "  
 12<sup>30</sup> " 2,74 " "  
 13<sup>30</sup> " 2,92 " "  
 14<sup>30</sup> " 2,06 " "

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	0,8	0,0	0,2	0,0	98,7	0,3

15<sup>20</sup> Uhr wieder aufgeheizt  
 15<sup>27</sup> " 1,05 Ltr. Gas  
 15<sup>45</sup> " 1,18 " "  
 17<sup>30</sup> " 1,31 " " abgestellt.

Insgesamt 3,06 Ltr. + 1,31 Ltr. Gas = 4,37 Ltr. - 2,2 Ltr. Expansion = 2,17 Gas mit 98,7 %  $H_2$  = 2,13 Ltr.  $H_2$  = 1,6 g Al = 32,5 % Umsatz bei 4,9 g Aluminiumeinsatz. Im Vergleich zu Versuch 16/2 war in diesem Versuch die milchige Trübung bedeutend stärker. Alkoholbutanol-Lösung vom Rückstand abgegossen und Rückstand mit Butanol gespült. Alermale 67 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben und weiter gekocht. Nach Erreichen des Siedepunktes wieder starke Trübung. Nach 24-stündigem Kochen Trübungsgrad nicht stärker geworden. Alkohol abermals abgegossen und Rückstand mit 66 cm<sup>3</sup> Butanol und 50 mg  $HgCl_2$  aktiviert und angefahren. Nach 2 Stunden keine wesentliche Gasentwicklung. In den Vertiefungen des Rückstands zeigte sich nach Abgießen des Alkohols ein weißer Niederschlag  $Al(OH)_3$ .

Nun wurden zu diesem Rückstand bei Raumtemperatur 66 cm<sup>3</sup> 30 %-ige NaOH zugegeben.

16.1.1947

14<sup>00</sup> Uhr NaOH zugegeben ohne Heizung, Wasserstoffentwicklung

15<sup>00</sup> " 0,76 Ltr. Gas

16<sup>00</sup> " 1,14 " " mit kleiner Flamme geheizt

16<sup>30</sup> " 2,09 " "

17.1.1947

9<sup>00</sup> Uhr 2,76 Ltr. Gas

10<sup>00</sup> " die Reaktion war noch nicht beendet, sodaß ein restloser Umsatz zu erwarten ist. Es ist hiermit bewiesen, daß durch wirksame 30 %-ige NaOH auch nach der obigen Vorbehandlung die Reaktion weitergeht.

#### Versuch 22 vom 17.1.1947

##### Aufgabe

In Anwesenheit von alkoholischer NaOH das entstehende  $Al(OH)_3$  in stato nascendi zu lösen und dadurch eine Verschmierung, die evtl. den schlechten Umsatz hervorruft, zu verhindern.

##### Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.46 > 2 mm mit 30 cm<sup>3</sup> butylalkoholische NaOH (0,8 % NaOH), in der 50 mg  $HgCl_2$  und 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde kalt aktiviert. Insgesamt 62 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben, 6,5 Ltr.  $H_2$  sind zu erwarten.

Nach einer Stunde war die Reaktion noch nicht eingeleitet. Auch bei einer Wiederholung des Versuches mit Probe fein 0,5 - 2 mm konnte eine Reaktion nicht eingeleitet werden.

#### Versuch 23/1 vom 17.1.1947

##### Aufgabe

Legierung Probe fein vom 20.12.46 > 2 mm in Gegenwart von Aluminium-



spinnen Dujardin (99,87 % Al) 5 g : 5 g ansetzen und feststellen, ob durch die starke Reaktionsfähigkeit des Reinaluminiums die Aktivität der Erftprobe erhöht werden kann.

Versuch

5 g Aluminiumspäne Dujardin = 5,0 g Al und 5 g Legierung Probe fein 2 mm = 2,45 g Al mit 96 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde in der Kälte aktiviert. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. 9,9 Ltr. Wasserstoff sind zu erwarten.

Anfang

12 <sup>00</sup> Uhr	aufgeheizt	
12 <sup>10</sup> "	1,60 Ltr. Gas	leicht trübe
12 <sup>20</sup> "	7,25 " "	
12 <sup>30</sup> "	8,72 " "	
12 <sup>45</sup> "	9,36 " "	
13 <sup>00</sup> "	9,44 " "	
13 <sup>15</sup> "	9,50 " "	
17 <sup>00</sup> "	9,71 " "	Ansatz schwarz durch flimmernde feinste Metallteilchen.

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	1,5	0,0	0,5	0,0	96,0	2,0

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 9,71 Ltr. Gas - 1,0 Ltr. Expansion = 8,71 Ltr. mit 96 % H<sub>2</sub> = 8,36 Ltr. H<sub>2</sub>. Für Reinaluminium müssen 6,7 Ltr. H<sub>2</sub> abgezogen werden, sodaß nur 5 g Legierung = 2,45 g Al 1,66 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,24 g Al zu werten sind. Dieses bedeutet einen Umsatz von 50 % an Al bezogen Legierung Probe fein.

Versuch 23/2 vom 20.1.1947

Aufgabe

Wie Versuch 23/1 jedoch mit 2 Teilen Reinaluminium und 1 Teil Erftprobe.

Versuch

10 g Aluminium Dujardin (99,87 %) und 5 g Probe fein 2 mm mit 150 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde aktiviert. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. Insgesamt 160 cm<sup>3</sup> Butylalkohol zugegeben. 16,7 Ltr. H<sub>2</sub> sind zu erwarten.

Anfang

11<sup>35</sup> Uhr aufgeheizt  
Nachdem 4 Ltr. Gas durch die Gasuhr geleitet wurden, auf Gasflasche umgestellt = 8,51 Ltr. Gas.

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	0,7	0,0	0,0	0,0	98,6	0,7

Die rostliche Gasmenge = 3,2 Ltr. wurden wieder durch die Gasuhr geleitet. Ende 12<sup>35</sup> Uhr.

Gasuhr: Insgesamt 7,2 Ltr. Gas

Nach Abkühlung 6,2 Ltr. Gas x f der Uhr = 1,08 = 6,7 Ltr. H<sub>2</sub>

Gasflasche — 8,5 Ltr. Gas mit 98,6 % H<sub>2</sub> = 8,4 Ltr. H<sub>2</sub> + 6,7 Lt  
= 15,1 Ltr. H<sub>2</sub>.

Für 10 g Reinaluminium müssen 13,3 Ltr. H<sub>2</sub> abgezogen werden, sodaß für 5 g Legierung Probe fein 1,8 Ltr. H<sub>2</sub> entwickelt wurden. Dieses entspricht 1,35 g Al = 55 % Umsatz bei 2,45 g Aluminiumeinsatz. Ansatz war tief schwarz.

Versuch 23/3 vom 22.1.1947

Aufgabe

Wie Versuch 23/1 allerdings ein Teil Reinaluminium und 2 Teile Probe fein 2 mm.

Versuch

10 g Probe fein 2 mm und 5 g Al-Späne Dujardin 99,87 % Al mit 102 Butanol, in dem ca. 100 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, voraktiviert. 13,2 Lt Wasserstoff sind zu erwarten.

Anfang

11 <sup>40</sup> Uhr	aufgeheizt			
11 <sup>47</sup> "	1,31 Ltr. Gas, stark trübe			
11 <sup>50</sup> "	1,78 " "			
11 <sup>55</sup> "	4,07 " "			Ansatz schwarz
12 <sup>00</sup> "	7,51 " "			
12 <sup>05</sup> "	9,31 " "			
12 <sup>10</sup> "	9,43 " "			
12 <sup>25</sup> "	9,91 " "			
12 <sup>40</sup> "	10,04 " "			
14 <sup>20</sup> "	10,44 " "			
15 <sup>20</sup> "	10,58 " "			
17 <sup>20</sup> "	10,69 " "			Versuch beendet.

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	2,3	0,3	95,6	1,8

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Es sind insgesamt 10,69 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 9,59 Ltr. Gas entstanden mit 95,6 % H<sub>2</sub> = 9,2 Ltr. H<sub>2</sub>. Für 5 g Probe Dujardin sind 6,65 Ltr. H<sub>2</sub> abzuziehen, sodaß für 10 g Legierung 2,55 Ltr. Gas = 1,91 g Al = 39 % Umsatz bei 4,9 g Aluminiumeinsatz umgesetzt wurden.

Versuch 25 vom 20.1.1947

Aufgabe

Versuch mit dreifachem Alkoholüberschuß fahren, um dadurch ein evtl. Verschmieren durch entstehendes  $Al(OH)_3$  zu verhindern.

Versuch

10 g Probe fein vom 20.12.46  $\times 2$  mm mit  $30\text{ cm}^3$  Butanol, in dem 50 mg  $HgCl_2$  gelöst waren, kalt aktiviert. Insgesamt  $186\text{ cm}^3$  Butanol zugegeben. 6,5 Ltr.  $H_2$  sind zu erwarten. Apparatur mit  $H_2$  gespült.

Anfang

14<sup>45</sup> Uhr aufgeheizt, Ansatz trübe.  
 15<sup>00</sup> " 1,95 Ltr. Gas, Trübung zurückgegangen.  
 15<sup>10</sup> " 2,42 " "  
 15<sup>40</sup> " 2,87 " "  
 16<sup>20</sup> " 3,07 " "  
 16<sup>50</sup> " 3,17 " "  
 17<sup>20</sup> " 3,23 " ", keine Trübung

21.1.1947

6<sup>20</sup> Uhr 3,46 " "

Gasprobe	$CO_2$	$CnHm$	$O_2$	$CO$	$H_2$	$N_2$
	3,9	0,0	0,6	0,0	93,5	2,0

$CO_2$ - $O_2$ - $N_2$ -Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Gesamtgas 3,46 Ltr. - 1,0 Ltr. Expansion = 2,46 Ltr. Gas = 93,5 %  $H_2$  = 3,2 Ltr.  $H_2$  = 1,72 g  $Al$  = 35 % Umsatz bei 4,9 g Aluminiumeinsatz.

Versuch 25/1 W vom 21.1.1947

Aufgabe

Im Unterschuß von Butanol als Extremversuch zu Versuch 25. Auswirkung auf Reaktionsgeschwindigkeit und Umsatz und Trübung.

Versuch

10 g Legierung fein vom 20.12.46  $\times 2$  mm mit  $20\text{ cm}^3$  Butanol, ind 50-mg  $HgCl_2$  gelöst waren, eine halbe Stunde kalt aktiviert. Insgesamt  $62\text{ cm}^3$  Butanol zugegeben. 6,5 Ltr.  $H_2$  sind zu erwarten.

Anfang

10<sup>50</sup> Uhr 10 g Legierung mit  $20\text{ cm}^3$   $HgCl_2$ -Butanollösung mit kleiner Flamme aufgeheizt. Nach 2 Minuten bereits starke Trübung. Im Kolben sichtbare leichte Nebel. Nach anfänglich starker Reaktion plötzlich Nachlassen der Reaktion.  
 11<sup>00</sup> " 2,00 Ltr. Gas, Trübung nicht mehr so stark  
 11<sup>10</sup> " 2,40 " "

11 <sup>20</sup>	Uhr	2,55 Ltr. Gas,	7 cm <sup>3</sup> Butanol zugegeben.
11 <sup>30</sup>	"	2,72 " "	
12 <sup>00</sup>	"	3,02 " "	
12 <sup>30</sup>	"	3,20 " "	
12 <sup>50</sup>	"	3,28 " "	7 cm <sup>3</sup> Butanol zugegeben.
13 <sup>00</sup>	"	3,33 " "	
13 <sup>10</sup>	"	3,36 " "	7 cm <sup>3</sup> Butanol zugegeben.
13 <sup>20</sup>	"	3,40 " "	
13 <sup>30</sup>	"	3,43 " "	Restmenge Butanol = 21 cm <sup>3</sup> zugegeben.
13 <sup>40</sup>	"	3,48 " "	
14 <sup>00</sup>	"	3,55 " "	
15 <sup>00</sup>	"	3,63 " "	

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	1,6	0,0	0,5	0,0	96,7	1,2

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte infolge Leitungswasserfüllung als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 3,63 Ltr. Gas - 1,0 Ltr. Expansion = 2,63 Ltr. Gas = 96,7 H<sub>2</sub> = 2,55 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,91 g Al = 39 % Umsatz bei 4,9 g Aluminiumein-  
satz.

Reaktionsgeschwindigkeit, Umsatz sowie Trübung verhielten sich ähnlich wie in Versuch 25 mit dreifachem Alkoholüberschuß.

### Versuch 31 vom 29.1.1947

#### Aufgabe

Nach den bisher günstigsten Bedingungen Probe fein angesetzt.

1.) Zerschlagen

2.) Unter Reinaluminiumzusatz von 1:1

3.) Unter Anwendung von 2,5 % HgCl<sub>2</sub> als Aktivierungsmittel

#### Versuch

10 g Legierung Probe Erftwerk vom 20.12.46 fein > 2 mm wurde fein gepulvert. Dann mit 10 g Probe 2 Dujardin mit 99,87 % Al verschnitten. Das ganze mit 90 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 0,5 g HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, aktiviert. Insgesamt 190 cm<sup>3</sup> Butanol zugesetzt. 19,5 Ltr. Wasserstoff sind zu erwarten.

#### Anfang

11 <sup>30</sup>	Uhr	Veraktivierung angesetzt. Es entstand sofort starke Reaktion (ohne Heizung). Nun restliche 100 cm <sup>3</sup> Butanol zugesetzt.
11 <sup>35</sup>	"	milchige Trübung, nachher Ansatz schwarz
11 <sup>40</sup>	"	1,78 Ltr. Gas, ohne Heizung
11 <sup>45</sup>	"	2,58 Ltr. Gas, " "

12<sup>00</sup> Uhr 5,54 Ltr. Gas, ohne Heizung  
12<sup>15</sup> " 11,46 " " " "  
12<sup>30</sup> " 14,16 " " " "  
12<sup>45</sup> " 14,90 " " " "

Nun mit kleiner Flamme aufgeheizt.

13<sup>00</sup> Uhr 16,98 Ltr. Gas

13<sup>15</sup> " 17,14 " "

13<sup>45</sup> " 17,27 " "

14<sup>15</sup> " 17,37 " "

17<sup>00</sup> " nochmals 0,5 g  $HgCl_2$  in 100 cm<sup>3</sup> Butanol gelöst zugesetzt und kalt über Nacht aktivieren lassen. Am 30.1.47 6<sup>15</sup> Uhr wieder aufgeheizt. Nach 5 Stunden nur 0,16 Ltr.  $H_2$  entstanden.

Insgesamt 17,3 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 16,27 Ltr.  $H_2$  = 12,2 g Al umgesetzt. 10 g Einsatz Reinaluminium. Mithin sind 2,2 g Al der Probe fein vom 20.12.46 umgesetzt. In der Annahme, daß die Reinaluminiumprobe restlos abreagierte, sind 45 % des Al-Gehaltes der Probe fein umgesetzt. Rückstand unter Butanol feinst pulverisiert und mit 100 mg  $HgCl_2$  eine halbe Stunde erneut aktiviert. Am 31.1.47 12<sup>45</sup> aufgeheizt.

14<sup>00</sup> Uhr 0,97 Ltr. Gas

15<sup>30</sup> " 0,99 " "

16<sup>30</sup> " 1,00 " "

Am 1.2.1947

7<sup>30</sup> Uhr 1,03 " "

Die hierbei gemessene Gasmenge entspricht der Expansion. Es sind mithin keine meßbaren  $H_2$ -Mengen entstanden. Auf Grund dieses Versuches kann gesagt werden, daß die Probe fein bis höchstens bis zu 50 % des Al-Gehaltes nach den bisherigen Erkenntnissen umgesetzt werden kann.

B.) Probe grob vom 20.12.46Versuch 20/1 vom 16.1.1947Aufgabe

Im Vergleich zu Probe fein Probe grob vom 20.12.46 einsetzen.  
Entsteht auch bei dieser Probe eine milchige Trübung?

Analyse der Probe grob (Scheffels)

Si	Cu	Zn	Fe	Mn	Mg	Ni	Pb	Al
9,7	15,8	8,7	11,0	3,3	0,1	0,5	0,6	50,3 %

Versuch

Ein durch Abschlagen erhaltenes großes Stück von 19 g mit 50 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> und 50 mg Jod gelöst waren, eine halbe Stunde kalt aktiviert. Insgesamt 129 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben. 13,5 Ltr. H<sub>2</sub> sind zu erwarten. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. In der Kälte leichte Gasentwicklung.

Anfang

10 <sup>30</sup> Uhr	aufgeheizt
10 <sup>40</sup> "	0,94 Ltr. Gas, leichte Trübung
10 <sup>45</sup> "	1,35 " "
11 <sup>15</sup> "	1,73 " "
11 <sup>45</sup> "	1,87 " "
12 <sup>40</sup> "	2,17 " " , Ansatz klar
13 <sup>45</sup> "	2,27 " "
15 <sup>45</sup> "	2,64 " "
17 <sup>30</sup> "	2,84 " "

17.1.1947

9<sup>00</sup> Uhr 3,57 " "

Die Butal-Alkohollösung war vollständig klar. Die leichte Trübung inzwischen verschwunden.

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	5,0	0,0	1,1	0,0	88,5	5,4

Insgesamt 3,57 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 2,47 Ltr. mit 88,5 % H<sub>2</sub> = 2,2 Ltr. H<sub>2</sub> = 1,56 g Al umgesetzt. Dies bedeutet einen Umsatz von 17,5 % bei 9,5 g Aluminiumeinsetzung.

B 1.) Versuche mit der Probe grob (zerschlagen)Versuch 20/2 vom 17.1.1947Aufgabe

Vom gleichen Regulus wie im Versuch 20/1 der Probe grob vom 20.12.46 einen Teil verkleinert und unmittelbar nachdem Zerkleinern

zur Reaktion angesetzt. Kann hierdurch gegenüber Versuch 20/1 in Bezug auf Trübunggrad, Umsatz bzw. Reaktionsgeschwindigkeit eine Verbesserung erzielt werden.

Versuch

19 g vom Regulus der Probe grob vom 20.12.46 wie in Versuch 20 angesetzt, wurden gemörsert und anschließend mit 50 cm<sup>3</sup> Butanol in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> und 50 mg Jod gelöst waren, aktiviert. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. Insgesamt 129 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben. 13,5 H<sub>2</sub> sind zu erwarten.

Anfang

13 <sup>30</sup>	Uhr	aufgeheizt	
13 <sup>45</sup>	"	1,73	Ltr. Gas
14 <sup>00</sup>	"	2,94	" "
14 <sup>15</sup>	"	3,12	" "
14 <sup>45</sup>	"	3,39	" "
15 <sup>15</sup>	"	3,50	" "
15 <sup>45</sup>	"	3,60	" "
16 <sup>45</sup>	"	4,12	" "

18.1.1947

8<sup>30</sup> Uhr 4,44 " "

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	CnH <sub>2</sub>
	4,5	0,2	1,4	0,0	86,9	6,6	0

CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Werte infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu erklären.

Insgesamt 4,44 Ltr. Gas - 1,1 Ltr. Expansion = 3,34 Ltr. Gas  
 86,9 % H<sub>2</sub> = 2,9 Ltr. H<sub>2</sub> = 2,17 g Al = 23 % Umsatz bei 9,5 g Al Einsatz.

Versuch 30/1

Aufgabe

Probe grob vom 20.12.46 gemörsert unter Druck im Autoklaven ansetzen. Druck bis ca. 3,5 atü. Temperatur beobachten. Entwickelte H<sub>2</sub>-Menge messen.

Versuch

60 g Probe grob vom 20.12.46 gemörsert mit 340 cm<sup>3</sup> Butanol (40 cm<sup>3</sup> Überschuß) und 0,3 g HgCl<sub>2</sub> ansetzen.

Zeit	Druck	Temperatur	Ltr. Gas	Bemerkungen
12 <sup>00</sup>	1,5	100°	-	Autoklav ruhend
12 <sup>30</sup>	10,0	150°	-	" "
12 <sup>50</sup>	5,0	150°	12,0	" "
13 <sup>15</sup>	3,25	140°	14,5	" "
14 <sup>45</sup>	5,0	150°	18,0	" "

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	0,0	0,0	3,7	0,0	81,9	14,4
15 <sup>15</sup>	3,75	150°				
16 <sup>00</sup>	4,5	150°	18,5			
18 <sup>30</sup>	5,2	150°	19,0			
23 <sup>30</sup>	4,5	150°	19,1			
2 <sup>30</sup>	3,7	150°	19,2			
6 <sup>30</sup>	5,0	150°	19,2			

Insgesamt 19,2 Ltr. Gas, die insofern als H<sub>2</sub> gewertet werden können, da der Autoklav vorher nicht mit H<sub>2</sub> gespült wurde. Die Gastemperatur kann mit ca. 0° angenommen werden, da die Gasmenge durch Tiefkühlfalle gemessen wurde. 60 g Legierung = 30,2 g Al entwickeln bei 0° 37,5 Ltr. H<sub>2</sub>. 19,2 Ltr. H<sub>2</sub> = 15,5 g Al = 51,0 % Umsatz bei 30,2 g Al-Einsatz.

Versuch 30/2 vom 30.1.1947

Aufgabe

Vergleichsversuch unter Normaldruck zu Versuch 30/1.

Versuch

10 g Probe grob vom 20.12.46 gemörsert, wurden mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 50 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde kalt aktiviert. Insgesamt 62 cm<sup>3</sup> Butanol zugegeben. 6,5 Ltr. H<sub>2</sub> sind zu erwarten.

Anfang

10 <sup>15</sup> Uhr		aufgeheizt, beim Aufheizen leichte sichtbare Nebel, die aber wieder verschwanden. Bei Zugabe von Butanol bereits dunkelgraue Färbung.
10 <sup>30</sup>	"	3,20 Ltr. Gas
10 <sup>45</sup>	"	3,54 " "
11 <sup>00</sup>	"	3,71 " "
11 <sup>30</sup>	"	3,93 " "
12 <sup>30</sup>	"	4,15 " "
13 <sup>30</sup>	"	4,27 " "
15 <sup>30</sup>	"	4,42 " "
17 <sup>30</sup>	"	4,51 " "



31.1.1947

6<sup>30</sup> Uhr 4,94 Ltr. Gas

7<sup>30</sup> " 4,97 " "

Versuch beendet.

4,97 Ltr. Gesamtgas - 8 %, die infolge Anwendung von Leitungswasser als Sperrflüssigkeit zu hoch bewertet, = 0,4 Ltr. = 4,57 Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 3,38 Ltr.  $H_2$  = 2,54 g Al = 51 % Umsatz bei 5,03 g Aluminium-Einsatz.

Versuch 30/3 vom 28.1.1947

Aufgabe

Wie Versuch 30/1 jedoch unter ständigem Rotieren des Autoklaven.

Versuch

60 g Legierung grob gemörsert von 20.12.46, 340 cm<sup>3</sup> Butanol und 0, HgCl<sub>2</sub> wurden eingesetzt.

Zeit Uhr	Druck atü	Temperatur °C	Ltr. Gas	Bemerkungen
11 <sup>15</sup>	-	100		ständige Rotierung
12 <sup>00</sup>	6,5	110	6,2	" "
13 <sup>00</sup>	7,0	130	13,7	" "
14 <sup>00</sup>	4,5	130	15,5	" "
16 <sup>00</sup>	4,0	130	16,7	" "

29.1.1947

8<sup>00</sup>

9,0

130

20,6

"

"

Nach Abkühlung des Autoklaven 18,6 Ltr. Gas. Theoretisch müssten 37,5 Ltr.  $H_2$  entstehen. Mithin entsprechen 18,6 Ltr.  $H_2$  einem Umsatz von 49,8 %. Rückstand schwarz, läßt sich leicht zerdrücken.

Versuch 30/4 vom 29.1.1947

Aufgabe

Wie Versuch 30/2 unter ständiger Rotation des Autoklaven allerdings ohne stufenweise Entspannung des entstehenden  $H_2$ .

Versuch

60 g Probe grob vom 20.12.46, 340 cm<sup>3</sup> Butanol und 0,3 g HgCl<sub>2</sub> angesetzt.

Versuch um 16<sup>00</sup> angestellt. Am 30.1.47 9<sup>00</sup> Uhr abgestellt. Laufzeit 17 Stunden. Es wurde ein Druck von 14,7 atü erreicht. Nach Abkühlung des Autoklaven 17,7 Ltr.  $H_2$  entspannt. Dies bedeutet ein Umsatz von 47,2 %.

Autoklav am Temperatur-Meßstutzen undicht, daher Versuche wiederholen.

Versuch 30/5 vom 17.2.1947

2462

Aufgabe

Wiederholung der Versuche 30/1 - 3. Versuchsanordnung: Auto-klav, Tiefkühlfalle A.-Kohlerohr Gasuhr

Versuch

60 g Probe grob vom 20.12.46, 340 cm<sup>3</sup> Butanol, 0,3 g HgCl<sub>2</sub> werden eingesetzt. Versuchsdauer 14 Stunden unter ständiger Rotation des Autoklaven. Gas am Ende der Reaktion abgelassen. Autoklav bei Prüfung am Manometer undicht! Gasmenge = 20,0 Ltr. = 53,4 % Umsatz bei 37,5 Ltr. theor. H<sub>2</sub>-Menge. Das entstandene Butal quantitativ mit Butanol aus dem Autklaven gespült. 565 cm<sup>3</sup> Butallösung. D<sub>15</sub> = 0,857° = 31 Vol. % Butal. = 168 g Butal = 61,2 % Umsatz. Theor. mußten 275 g Butal entstehen.

Es muß noch festgestellt werden, ob durch die schwarzen Metallflitter in der Butallösung eine Erhöhung der Dichte verursachen und damit den prozentualen Umsatz vortäuschen.

Butalbilanz der Versuche 30/1 - 4 (Durchschnittswert). Insgesamt 980 cm<sup>3</sup> Butallösung D<sub>15</sub> = 0,868° = 38 Vol. % = 376 cm<sup>3</sup> x 0,961 = 371 g Butal. Theor. mußten auf Grund des vorliegenden Aluminiums 825 g Butal entstehen. Damit ist ein durchschnittlicher Umsatz von 44,8 % in den Versuchen 30/1 - 4 erreicht worden.

*Keine Wasserung gemacht  
Anbutanieren Verfahren*

Versuch 30/6 vom 15.2.1947

Aufgabe

Nach Prüfung auf Dichtigkeit des Autoklaven Versuch im Vergleich zu den Versuchen 30/1 - 5 ansetzen. Versuchsanordnung: Wie in Versuch 30/5.

Versuch

60 g Probe grob vom 20.12.46, 340 cm<sup>3</sup> Butanol wasserfrei und 0,3 g HgCl<sub>2</sub> angesetzt. Versuchsdauer 16 Stunden unter ständiger Rotation bei 130° und über 20 atü Druck. Am Ende des Versuches 26,0 Ltr. Gas abgelassen. Theor. waren 37,5 Ltr. H<sub>2</sub> zu erwarten. Dies bedeutet ein Umsatz von 69,5 %.

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	0,0	0,3	1,0	0,2 ?	87,5	9,5
	CnH <sub>2n</sub> + 2		C-Zahl			
	1,4		3,22 ?			

Das entstandene Butanol wurde quantitativ mit Butanol aus dem Autoklaven herausgenommen und nach Absitzen der Metallflitter die Dichte bestimmt. 620 cm<sup>3</sup>-Butallösung D<sub>15</sub> 0,850° = 26,5 Vol. % = 164 cm<sup>3</sup> = 157 g Butal. Theor. mußten 275 g Butal entstehen. Dieses bedeutet

ein Umsatz von 57,5 %.

Versuch 30/2 W vom 7.2.1947

Aufgabe

Vergleichsversuch zu den Autoklavversuchen mit der gleichen Legier unter Normaldruck.

Versuch

10 g Legierung grob vom 20.12.46 gemürsert mit 30 cm<sup>3</sup> Butanol, in dem 5 mg HgCl<sub>2</sub> gelöst waren, eine halbe Stunde voraktiviert. Insgesamt 62 cm<sup>3</sup> zugesetzt. Apparatur mit H<sub>2</sub> gespült. 6,55 Ltr. H<sub>2</sub> si zu erwarten.

Anfang

8 <sup>20</sup> Uhr	aufgeheizt, Gastemperatur Eintritt Flasche 13,0°
8 <sup>24</sup> "	Ansatz milchig trübe
8 <sup>25</sup> "	Ansatz dunkel bis schwarz
8 <sup>30</sup> "	2,28 Ltr. Gas, 13,5°
8 <sup>45</sup> "	2,78 " " 13,5°
9 <sup>00</sup> "	3,02 " " 14°
9 <sup>30</sup> "	3,27 " " 14,5°
10 <sup>00</sup> "	3,40 " " 15°
11 <sup>30</sup> "	3,58 " " 17°
13 <sup>30</sup> "	3,71 " " 18,5°
17 <sup>00</sup> "	3,80 " " 17,0°
18 <sup>30</sup> "	3,85 " " 17° Versuch abgestellt.

Gasprobe	CO <sub>2</sub>	CnHm	O <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
	0,0	0,0	0,9	0,0	95,5	3,6

Insgesamt 3,85 Ltr. Gas - 1,19 Ltr. Expansion = 2,66 Ltr. mit 95,5 H<sub>2</sub> - 2,52 Ltr. H<sub>2</sub>. Theor. mußten 6,22 Ltr. H<sub>2</sub> entstehen. Dies entspricht einem Umsatz von 40,5 %. Butallösung = 190 cm<sup>3</sup> D<sub>15</sub> = 0,827 = 11,6 Vol.% = 21,2 g Butal. Theor. mußten 45,6 g Butal entstehen dies bedeutet ein Umsatz von 45,5 %.

Rückstand

Gewaschen und getrocknet = 7,5 g wurde von H. Dr. Schmitz zwecks Erforschung des Verhaltens gegenüber NaOH eingesetzt. Versuch-Nr. S/4. Es wurde auf Grund der entwickelten H<sub>2</sub>-Menge ein ~~Umsatz~~ ca. 40 % Umsatz angenommen, d.h. von den ursprünglich in der Legierung enthaltenen 5,03 g Al / 10 g Legierung sind noch ca. 3,0 g vorhanden. Diese Restlegierung wurde mit 5,0 g NaOH (1,15 Äquivalente in 12 cm A<sub>2</sub>O = 30 %-ige NaOH-Lösung) angesetzt.

Es entwickelte sich zu Beginn stürmisch H<sub>2</sub>. Nach 5 Stunden waren unter Erwärmung ca. 5,0 Ltr. H<sub>2</sub> entwickelt. Nach 48 Stunden 5,95 Lt

H<sub>2</sub> - Beendigung der Reaktion. Nach dem Filtrieren wurden in der klaren Aluminatlösung Al und Zn bestimmt. 0,9 g Al = 30 % des Al-Gehaltes der Restlegierung. 0,005 g Zn (% Angabe nicht möglich, da der Zn-Gehalt durch Vorbehandlung mit Butanol nicht bekannt ist). Die H<sub>2</sub>-Bilanz ergibt folgendes Bild des Umsatzes: 0,9 g Al = theor. 1,2 Ltr. H<sub>2</sub>. Gefunden wurden 5,95 Ltr. H<sub>2</sub>. Dies bedeutet ein Plus von 4,75 Ltr. H<sub>2</sub>. 0,005 g Zn = 0,002 Ltr. H<sub>2</sub>. Mithin sind 4,75 Ltr. H<sub>2</sub> zuviel gefunden. Diese große H<sub>2</sub>-Menge kann durch Reaktion der in der Legierung noch vorhandenen Metalle Fe, Mn und Pb mit NaOH entstanden sein. Andererseits ist es möglich, daß ein Teil der Na-Aluminatlösung durch katalytischen Einfluß der Restmetalle sich unter Bildung von unlöslichem Al(OH)<sub>3</sub> zersetzt hat und man im Filtrat nur einen Teil des umgesetzten Al findet. Es werden noch Versuche angestellt, die zeigen sollen, ob man durch Behandlung des Reaktionsrückstandes mit frischer NaOH das evtl. gebildete Al(OH)<sub>3</sub> herauslösen kann. Zusammenfassend kann gesagt werden, daß die mit sec. Butanol umgesetzten Seigerreste mit 30 %-iger NaOH weiter reagieren und man ca. 30 % Al der Restlegierung = 18 % des Al-Gehaltes der Ausgangslegierung, als Na-Aluminat in Lösung bringt. Versuche in dieser Richtung werden noch angestellt.

Tabellarische Übersicht der Versuche mit  
Luftwerkschrott.

2464

Versuche mit Probe fein < 0,5 mm

Versuch-Nr.	P r o b e	Bedingungen	% Um-satz	Lauf-zeit in h	Bemerkungen
11/1	Fein v.20.12. 46	Salzsäure-aktivierung	23,6	4 3/4	milchige Trübung
11/2	"	HgCl <sub>2</sub> + Jod	22	1 1/4	" "
11/4	"	" "	22,5	2 1/4	" "
					Probe 24 Std. bei 240° getempert
11/5	"	" "	39	4 1/4	Probe stark zerkleinert
11/5/1	Rückstand von Probe 11/5	feinst gemörsert	(+4) 43 %	1/4	-
12	Fein v.20.12. 46	in feinsten Phase mit 0,1% HgCl <sub>2</sub>	30	1 3/4	milchige Trübung
12/1	"	1:1 H <sub>2</sub> -Metall gut verrieben	31,5	3/4	" "
15	"	mit MAK entwässert		1 3/4	-
	nach 1 3/4 Stunde trübe und erneut	mit HgCl <sub>2</sub> + Jod aktiviert			Alkohol-Entlösung abgegossen
			13,6	1 1/2	durch MAK-Behandlung unverständlich geringer Umsatz
42	Fein v.20.12. 46	mit 30 % Rein-Al, bezogen auf Al-Gehalt mech. verschnitten	37,1	15	Auf Grund Rückstands wägung 36 %, auf Grund Butaldichte 37,5 %
42 a	"	HgCl <sub>2</sub> -Aktiv. wie 42 jedoch ohne Rein-Al-Zusatz	40	22	nach Butaldichte 37% nach Rückstandsmessung 34,5 %

Versuche mit Probe fein 0,5 - 2 mm

12/2	Fein v.20.12. 46	HgCl <sub>2</sub> + Jod	22,5	1 1/4	
12/3	"	" "	31	1 3/4	
12/4	"	" "	33,7	2 1/4	
21	"	Ölbäd feinst zerkleinert, 2 Std. bei 320° getempert, über P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> im Exsikkator abkühlen lassen Soxhletapparat			
21	"	Wiederholung	29,4	2 1/6	

Ver- such- Nr.	P r o b e	Bedingungen	% Um- satz	Lauf- zeit	Bemerkungen
29	fein 20.12. 46	HgCl <sub>2</sub> + wenig HCl-haltigem Butylalk.	33,8	3 1/4	Ansatz klar
29/1	" "	HgCl <sub>2</sub> + grös- sere Menge HCl-haltig. Bu- tylalkohol	33,4	4 1/2	Ansatz klar, jedoch keine Umsatzerhöhung
33	" "	10-fache Menge HgCl <sub>2</sub>	36,4	2 1/2	
		Rückstand Vers. 33 feinst zer- kleinert	44	20	Umsatzsteigerung um 7,6 %
		Rückstand noch- mals zerkleinert u. eingesetzt	(44)	3/4	keine weitere Steige- rung
35	" "	HgCl <sub>2</sub> + Diäthyl- amin	35	6	stark milchige Trübung erstarrt nach Abkühlung bis zur festen kristal. Masse
36	" "	HgCl <sub>2</sub> + Butal	36,5	5 3/4	-
37	" "	1:1 mit Rein- Al mechanisch verschnitten	62	7	nach 5 Minuten Ansatz bereits schwarz
38	" "	Aktiv. mit Na- äthylat (Merck)	27	15	kein Effekt, Na-Äthylat gealtert?
39/1	" "	HgCl <sub>2</sub> , Leg.: Al wie 2 : 1	45	7 1/2	-
<u>Versuche mit Probe fein Erftwerk &gt; 2 mm</u>					
12/5	fein 20.12. 46	HgCl <sub>2</sub> + Jod	42,2	5	-
16/2	" "	Soxhlet-App. HgCl <sub>2</sub> + Jod	37	7	Analyse der weißen Trü- bung Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :ZnO wie 1: 0,3
17	" "	Leg. mit Butylalk. ausgekocht u. dann mit HgCl <sub>2</sub> aktiv. eingesetzt	32,5	7 1/2	Rückstand erneut aufge- kocht, wiederum starke Trübung, Trübung abge- gossen u. mit HgCl <sub>2</sub> - Aktivierung eingesetzt, erneut weißer Nieder- schlag
		letzter Rückstand 2,1 v. Vers. 17 mit 30 %-iger NaOH an- gesetzt		2 1/2	
22	" "	Butylalkolische NaOH + HgCl <sub>2</sub>		1	keine Reaktion
23/1	" "	1:1 mit Al versetzt HgCl <sub>2</sub>	50	5	

Ver- such- Nr.	P r o b e	Bedingungen	% Um- satz	Lauf- zeit	Bemerkungen
23/2	fein v.20. 12.46 > 2mm	HgCl <sub>2</sub> , Al:Leg. wie 2:1	55	1 1/6	-
23/3	" "	Al:Leg. wie 1:2	39	6	-
25	" "	3 facher Alkohol- überschuß	35	17	-
25/1W	" "	Unterschuß an Butanol, Extrem- versuch zu Ver- such 25, HgCl <sub>2</sub>	39	4	-
31	" "	Zerschlagen, Al: Leg. wie 1:1, 10 fache Mengen an HgCl <sub>2</sub>	45	6 1/2	Rückstand feinst zerklei- nert und wieder einge- setzt, keine weitere Umsatzerhöhung
<u>Versuche mit Probe grob vom 20.12.1946</u>					
20/1	grob v.20. 12.1946	HgCl <sub>2</sub>	17,5	21	-
20/2	" "	zerschlagen HgCl <sub>2</sub> + Jod	23	3 1/4	-
30/1	" "	unter Druck im Autoklaven, Druck bis 3,5 atü, Aktivie- rung-HgCl <sub>2</sub> , Autoklav ruhend	51	2 3/4	Temperatur 150°
30/2	" "	Vergleichsver- such zu Vers. 30/1 unter Nor- maldruck, HgCl <sub>2</sub>	51	20	-
30/3	" "	wie Versuch 30/1 jedoch unter stän- digem Rotieren	49,8	21	Temperatur 130°, Druck 6,5 - 9 atü, Rückstand schwarz läßt sich leicht zerdrücken.
30/4	" "	wie 30/2 jedoch ohne stundenwei- se Entspannung des Wasserstoffs	51	21	-
30/5	" "	Wiederholung der Versuche 30/1-3 HgCl <sub>2</sub>	(53,4)	14	nach Butaldichte 61,2, Umsatz nach Wasserstoff unsicher, da Autoklav undicht. Durchschnittl. Umsatz in den Versuchen 1 - 4 44,8 %.
30/6	" "	Druckversuche im dichten Autoklav, ständige Rotation 130°, 20 atü.	69,5	16	Auf Grund Butaldichte 57,5 %
30/2W	" "	Vergleichsversuch zu den Autoklav- versuchen unter Nor- maldruck	40,5	10	Auf Grund Butaldichte 45,5, auf Grund Rück- standswägung 50 %.

Zusammenfassung der Mitteilung 2

Es würde bei den Versuchen mit Erftwerkschrott bisher nur die Aktivierungs- und Alkoholseite verändert. Schon hier sei vorweggenommen, daß die Variation dieser beiden Größen auf den Umsatz keinen entscheidenden Einfluß hat, während die Legierung selbst in ihrer physikalischen und chemischen Beschaffenheit Umsatz und Reaktionsgeschwindigkeit entscheidend bestimmt. Auf Grund von 16 Modellmischungen, entsprechend 16 Gattungen von Al-Legierung der Fa. Dujardin, können wir das Verhalten einer neuen Legierung alkoholatmäßig mit großer Wahrscheinlichkeit voraussagen.

Die in vielen Versuchen beobachtete milchige Trübung der Ansätze z.B. 11/1, 11/2, 11/4, 12 und 16/2 ist als Aluminiumhydroxyd bzw. Zinkhydroxyd gekennzeichnet worden. Die Analyse des weißen Trübungstoffes ergab

Al 0,021, Zn 0,009

Al : Zn wie 1 : 0,43

$Al_2O_3 = 0,040$

ZnO = 0,012

$Al_2O_3 : ZnO$  wie 1 : 0,3.

Versuche, die Trübung, herrührend von hydrolysierten Aluminiumzinkalkoholaten, durch alkoholische NaOH oder Salzsäure wegzuföhmen, waren zwar erfolgreich im Falle der Anwendung von Salzsäure, führten aber nicht zu höheren Ausbeuten. Die Versuche 29 und 29/1 zeigen zwar klare Ansätze, jedoch keine Umsatzerhöhung gegenüber Normalansatz 12/4 oder 12/5. Mit butylalkoholischer NaOH und  $HgCl_2$ -Aktivierung war keine Reaktion zu erzielen. Eine mit absolutem MAK behandelte Legierung lieferte ebenfalls ein trübes Alkoholat (Versuch 15). Demnach kann die Trübung nicht von oberflächlich adsorbiertem Wasser herrühren. In Versuch 35 wurde mit Diäthylamin-Zusatz die milchige Trübung als komplexes Diäthylamin-Aluminiumhydroxyd zu binden versucht. Hier war die Trübung besonders stark. Nach Abkühlen erstarrte der Einsatz bis zu einer festen kristallinen Masse, die nicht weiter untersucht wurde. Der Versuch 17 (mehrmalige Waschung mit Alkohol) beweist endgültig, daß die Trübung nicht von ursprünglich der Legierung anhaftendem Wasser herrühren und damit Hydroxyd aus der Zersetzung von Butal sein kann. Hier wurde die Legierung mit Butylalkohol ausgekocht. Die stark milchige Trübung wurde abgegossen, erneut mit Alkohol aufgeköcht, aktiviert usw. Immer wieder zeigte sich die unerwünschte milchige Trübung, die wir zunächst für die geringen Umsätze verantwortlich machten. In den Versuchen 23/1, 23/2 und 23/3 wurde dem Ansatz Reinaluminium beigemischt.



**Ergobnis:**

	<u>Verhältnis Al:Leg.</u>	<u>% Umsatz</u>
Versuch 23/3	1 : 2	39
Versuch 23/1	1 : 1	50
Versuch 23/2	2 : 1	55

Setzt man das Aluminium in Form von Butal anfänglich zu, so erhält man tatsächlich eine geringe Umsatz-erhöhung z.B. 36,5 % (Versuch 36) gegenüber 33,4 % (Versuch 29/1) oder 33,7 % (Versuch 12/4) oder 31 % (Versuch 12/3).

Aus den Versuchen 11/1 und 11/2 geht hervor, daß eine Salzstureakti-  
vierung in der Wirkung der Standardaktivierung mit  $HgCl_2$  + Jod nichts  
nachsteht. Dies ist von wirtschaftlicher Bedeutung infolge Einsparung  
des nicht mehr erhältlichen  $HgCl_2$ . Die Aktivierung kann mit HCl-Gas  
oder mit HCl-haltigem Butylalkohol vorgenommen werden. In der Annahme,  
daß durch Tempern bei mäßigen Temperaturen das physikalische Gefüge  
der Legierung in günstigen Sinne etwa durch Ausscheidungshärtung be-  
einflußt werden könnte, wurde im Versuch 11/4 eine Probe 24 Stunden  
bei  $240^{\circ}$  getempert (Verleiche Versuch 21). Jedoch konnte keinerlei  
Auswirkung im Umsatz festgestellt werden. (Vergleiche Versuch 11/4  
mit 11/2).

Gegen eine auf Grund der o.a. Tabelle vermutbare Erhöhung des Umsatzes  
durch Verschneiden mit Reinaluminium sprechen die Umsatzzahlen von  
Versuch 42 und 42 a. Mit 30 % Reinaluminiumzusatz, bezogen auf den  
Al-Gehalt der Legierung, wurde aus der Butaldichte ein Umsatz von  
37,5 % erzielt; ohne Al-Zusatz durch die gleiche Bestimmung ebenfalls  
37 % Umsatz.

Der Ersatz einer Normalapparatur durch Soxhletumlauf ist ohne Ein-  
wirkung auf die Ausbeute (Versuch 17).

Ersetzt man die offene Flammenbeheizung durch ein Ölbad, so ist dies  
ebenfalls ohne Einfluß auf die Ausbeute (Versuch 12/4).

10-fach stärkere Aktivierung bringt Verkürzung der Reaktionszeit  
und unmerkliche Umsatzsteigerung (Versuch 33). Mörsert man aber den  
Rückstand und setzt erneut ein, so steigt z.B. in diesem Falle der  
Umsatz von 36,4 auf 44 %. Der leicht zerdrückbare Rückstand nochmals  
zerkleinert ließ sich nicht mehr weiter umsetzen.

Ein Versuch mit Natriumäthylat (Versuch 38) als Aktivator verlief  
negativ, allerdings handelte es sich hier um ein gealtertes braunes  
Produkt der Firma Merck.

Dreifacher Alkoholüberschuß oder erheblicher Unterschuß an Alkohol  
(Versuch 25 - 25/1W) bringen keine Vorteile; hierbei ist aber die

Fahrweise mit Alkoholunterschub infolge der verkürzten Reaktionszeit etwas überlegen.

Die Versuche 30/1 - 6 wurden in einem Remantautoklaven gefahren. Temperatur 120 - 150°, Druck 5 - 10 atü, Umsatz rd. 50 %. Dieser Umsatz auf Grund des entwickelten Wasserstoffs ist infolge Undichtigkeit der Apparatur, die sich erst später herausstellte, wahrscheinlich zu niedrig. Nach Butaldichte wurde ein Umsatz von 61,2 % gefunden (Versuch 30/5). Im Vergleichsversuch 30/2 W, der unter Normaldruck angesetzt worden war, wurden nur 45,5 % auf Grund Butaldichte erreicht. Demnach ist die Arbeitsweise unter Druck, die hier an der gleichen Legierung erprobt wurde, der drucklosen Arbeitsweise eindeutig unterlegen. Die apparative Anordnung unserer Alkoholatanlage gestattet aber nur eine Arbeitsweise bis zu 2,5 atü Druck; ob dieser geringe Druck schon wesentlich ist, hängt von einem Versuch in der Anlage ab.

Der Versuch 31, bei dem die besten Bedingungen zusammengefaßt wurden, zerschlagenes und fein gepulvertes Material, Zusatz von einem Teil Reinaluminium : 1 Teil Legierung und 10 fache Menge an  $HgCl_2$ , ist mit nur 45,5 % Umsatz der eindeutige Beweis, daß entscheidende Umsatzerhöhungen nicht in der Aktivierung oder in der Alkoholkomponente zu suchen sind. Trotz der mannigfachsten Variationen gelingt der Umsatz nur bis 45 - 50 % maximal. Die in der tabellarischen Übersicht zusammengestellten Umsatzzahlen sämtlicher Versuche dürfen in nicht zu engen Grenzen gelesen werden. Von den einzelnen Proben < 0,5, 0,5 - 2 mm und > 2 mm wurden keine einzelnen Analysen gemacht. Die Probe fein zeigte 49 %, die Probe grob 50,3 % Aluminium. Bei einer Klassierung der Probe fein in drei verschiedene Korngrößen ergeben sich unterschiedliche Aufarbeitungsgrade.

Korngröße	% anteilig	Auflösung bezogen auf 49 % analys.
< 0,5	11,1 %	22,5 %
0,5 - 2 mm	38,4 %	31 %
> 2 mm	50,5 %	43,2 %

} 0,361%

Diese Aufarbeitungsgrade, die auf 49 % analysiert berechnet sind, sind in Wirklichkeit auf eine Anreicherung des Aluminiums in den größeren Fraktionen zurückzuführen. Als Durchschnittswert errechnet sich aus der o.a. Tabelle 36,1 g aufgelöstes Aluminium, bezogen auf 100 Teile Al. Analysen unseres eigenen Laboratoriums haben ergeben, daß praktisch für jeden neuen Materialaufschluß eine neue Analyse festgestellt werden mußte. Das Material ist äußerst

uneinheitlich zusammengesetzt. Die zuletzt angelegte Probe in Barrenform vom 3.3.1947 zeigte eindeutig inetzbare und spröde Anteile. Über diese letzten Schrotte vom 3.3.1947 wird in einer dritten Mitteilung berichtet.

*Johnson*

### Über den Einfluß des Kupfers bei der Auflösung der Dörnerseiger

---

Aus dem Schmelzpunktdiagramm Kupfer-Aluminium ist ersichtlich, daß der Schmelzpunkt des reinen Aluminiums ( $660^{\circ}$ ) durch Zusatz von Kupfer auf  $548^{\circ}$  heruntersetzt werden kann. (Taschenb. f. Chemiker und Phys., S. 990). Bis zu einer Auflösung von 35 Gew.-% Kupfer in Aluminium sind zwei Lösungsformen möglich.

Das Kupfer kann sich bis zu 5,7 Gew.-% echt im Aluminium auflösen. Die gesättigte Lösung von 5,7 Gew.-% Cu in Al hat bei  $548^{\circ}$  einen eutektischen Schmelzpunkt. Bei weiterem Zusatz von Cu bilden sich Mischkristalle  $\text{CuAl}_2$ . In der Probe Erftwerk vom 20.12.1946 sind 13,8 % Cu analysiert worden. Unter der Arbeitshypothese, daß das chemisch an Kupfer gebundene Aluminium nicht auflösbar ist, würden sich 13,8 Gew.-% - 5,7 Gew.-% = 8,1 Gew.-% Kupfer mit 6,9 Gew.-% chemisch gebundenem Aluminium der Auflösung entziehen.  $(8,1 \text{ Gew.}\% \text{ Cu} \times 2 \text{ Al} = 8,1 \times 2 \times 27 =$

1 Cu

63

6,9 Gew.-% Al.

Grundlegende Versuche mit Modellmischungen.

Probe Nr.	Gattung	Al %	Si %	Mg %	Mn %	Cu %	Fe %	Ti %	verschiedene.
1/2	Raffinad Alu.	99,99	0,0006	-	-	0,0006	0,0004	-	-
2/2	Rein Al H.	99,85	0,050	-	-	0,005	0,070	-	Zn 0,021
3/2	Rein Al H.	99,56	0,150	-	-	0,0045	0,240	-	Zn 0,042
4/2	Al.-Grieß B	99,95	0,015	-	0,002	0,030	0,007	-	-
5/2	G Al Si	85,85	13,19	-	0,40	-	0,46	0,11	-
6/2	G Al Si Cu	85,72	12,49	-	0,41	0,79	0,47	0,12	-
7/2	G Al Si Mg	86,13	12,58	0,36	0,38	-	0,44	0,11	-
8/2	G Al Mg Si	96,8	1,120	0,820	0,800	-	0,460	-	-
9/2	zur Zeit nicht lieferbar								
10/2	Al Cu Mg	94,10	0,45	0,49	0,67	3,89	0,40	-	-
11/2	Al Mg Mn	96,11	0,31	2,12	1,09	-	0,35	-	-
12/2	Al Mg Mn	95,84	0,220	2,630	0,970	-	0,220	-	Sb 0,120
13/2	Al Mg	90,52	0,170	8,780	0,220	-	0,310	-	-
14/2	Al Mn	98,42	0,24	-	0,97	-	0,37	-	-
15/2	Al Cu Ni	91,6	0,280	1,570	-	4,160	0,390	0,013	Ni 2,060
16/2	Al Cu	92,7	0,23	-	0,50	6,20	0,36	-	-
	Devarda	50	-	-	-	45	-	-	Zn 5 %
	Cu Al	50	-	-	-	50	-	-	-

Diese oben angeführten Modellmischungen wurden in kleinen Glaskolben in Proben a 10 gr mit 0,1 %-iger Quecksilberchloridaktivierung geprüft, um so grundlegende Kenntnisse über den Einfluss der chemischen Zusammensetzung der Legierungen zu erhalten. Vor dem Aufheizen wurde bei jeder Probe eine halbstündige Aktivierung in der Kälte mit dem sec. Butanol aufgelösten HgCl<sub>2</sub> durchgeführt. Die Ergebnisse liegen in Kurvenform vor. An dieser Stelle seien die Umsätze in % der Theorie, gemessen an dem entwickelten Wasserstoff, nach 5, 10 und 15 Stunden mitgeteilt. (siehe Tafel III und IV) Die Untersuchung des Gases ergab im allgemeinen 100 %-igen Wasserstoff.

Probe Nr.	Gattung	nach 5 Std.	nach 10 Std.	nach 15 Std.	Bemerkungen
1	Raffinad Alu.	100 %	-	-	
2	Rein Al H	100 %	-	-	
3	Rein Al H	100 %	-	-	
4	Al.-Grieß B	100 %	-	-	
5	G Al Si	100 %	-	-	
6	G Al Si Cu	60 %	100 %	-	
7	G Al Si Mg	100 %	-	-	
8	G Al Mg Si	100 %	-	-	
9	Probe zur Zeit nicht lieferbar.				
10	Al Cu Mg	100 %	-	-	100 % n. 2 1/2 Std.

Probe Nr.	Gattung	nach 5 Std.	nach 10 Std.	nach 15 Std.	Bemerkungen	
11	Al Mg Zn	55 %	82 %	88 %	100 % n. 19 Stdn.	Al-Mg-Mn-Legierung!
12	Al Mg Mn	72 %	100 %	-	-	Al-Mg-Mn + 0,12 Sb!
13	Al Mg	6 %	85 %	-	100 % n. 11 Stdn.	8,8 % Mg!
14	Al Mn	49 %	95 %	-	100 % n. 11 Stdn.	-
15	Al Cu Ni	100 %	-	-	100 % n. 1 Std.	2,1 % Ni! hebt störende Wirkung von 4 % Cu + 1,6 % Mg auf.
16	Al Cu	25 %	58 %	84 %	100 % n. 20 Stdn.	6,5 % Cu!
	Devarda	18 %	32 %	50 %	45 % n. 20 Stdn.	45 % Cu!
	Cu Al	7,6 %	-	-	31,6 % n. 100 Stdn.	-

Untersuchung von Einzelmetallen.

Es reagieren nicht mit sec. Butanol: Antimon, Eisen in reduzierter oder Griessform, Si kristallisiert, Wood'sches Metall (Bi = 50 %, Pb = 25 %, Sn = 12,5 %, Cd = 12,5 %).

Ca geraspelt lieferte nach 22 Stunden 29 % Umsatz.

Aluminium-Legierungen. (aus Literatur)

Al Mg. in flüssigen Zustand legiert sich Al mit Mg unter Bildung einer Verbindung, die als  $Al_3Mg_4$  (nach anderen Forschern als  $Al_3Mg_2$  und  $Al_2Mg_3$ ) aufzufassen ist.

bei Raumtemperatur löst sich 6,08 % Al in Mg.

bei  $436^\circ$  (Eutektikum) löst sich 12,6 % Al in Mg.

Al Zn. Al legiert sich mit Zn unter Bildung von Mischkristallen mit Lücken

bei  $25^\circ$  löst sich 2,7 % Zn in Al.

bei  $250^\circ$  " " 13,4 % Zn in Al.

Al Ti. keine Mischkristalle, jedoch chemische Verbindung bis zu 37,3 % Titan.

Al Sn. Al bildet mit metall. Sn keine Verbindungen, sondern Mischkristalle.

- Al Mn sind in flüssigem Zustand in jedem Verhältnis mischbar. Das System Al Mn zeigt 7 Phasen mit  $Al_7Mn$  und  $Al_3Mn$  und anderen.
- Al Ni bildet Mischkristalle in jedem Verhältnis.
- Al Co legieren sich unter Bildung von  $CoAl$ ,  $Co_2Al_5$ ,  $Co_2Al_9$ . Die höchsten Bildungswärmen an intermetallischen Verbindungen treten bei  $Co_2Al_5$  und  $CoAl$  aus den festen Elementen auf.
- Al Fe 2 Verbindungen  $FeAl_3$  und  $Fe_2Al_5$  und mehrere Mischkristallreihen.

*aus Fortsetzung: Zinn.d.Al*

Element	Verbindungsbildung		Löslichkeit		Kristallisation des Zusatzelementes	
	nicht-metallische Verbindung	metallische Verbindung	in flüssigem Aluminium bei 660°	im festen Aluminium bei der eutektischen Temperatur	eutektisch	
Fe	-	$FeAl_3$	löslich	0,02	0	1,7
Si	-	keine	"	1,65	ca. 0,05	11,6
Cu	-	$CuAl_2$	"	5,65	ca. 0,5	33,0
Ag	-	$Ag_2Al$	"	ca. 47,0	?	68,0
Mg	-	$Mg_3Al_2$	"	14,9	ca. 2,9	33,7
Zn	-	$Zn_3Al_2$	"	ca. 70,0	2,7	95,0
Mn	-	$MnAl_7$	"	1,8	0	1,95
Cr	-	$CrAl_7$	"	0,77	0	-
Ni	-	$NiAl_3$	"	0,05	0	5,8
Co	-	$Co_3Al_{13}?$	"	0,02	0	1,0
Ti	-	$TiAl_3$	"	ca. 0,2	ca. 0,2	-
Sn	-	?	"	gering	0	?
Sb	-	$SbAl$	"	0,1	0	1,1
Be	-	$BeAl$	"	ca. 0,2	0	ca. 2,0
Cd	-	keine	beschränkt löslich	ca. 0,2	0	-
Pb	-	"	"	ca. 0,1	0	-
Na	-	"	"	ca. 0,02	0	-
Li	-	$AlLi$	"	3,5	2,2	7,75
O	$Al_2O_3$	-	unlöslich	unlöslich	0	-
S	$Al_2S_3$	-	"	"	0	-
N	$AlN$	-	"	"	0	-
P	$AlP$	-	"	"	0	-
C	$Al_4C_3$	-	"	"	0	-
Hydrogen	$AlH_3$	-	"	"	0	-

Ergebnis der bisherigen Forschung

- 1.) Eine Veränderung hinsichtlich der Alkoholkomponente oder Aktivierung hat keinen wesentlichen Einfluß auf die Ausbeute. Ob der Alkohol im Über- oder Unterschuß, ob n- oder sec. Butylalkohol, ob Propyl- oder Äthylalkohol eingesetzt wird, wirkt sich bei der Untersuchung der gleichen Seigerrestproben umsatzmäßig nicht aus. Eine 10-fache Aktivierung mit  $HgCl_2$  scheint eine höhere Reaktionsgeschwindigkeit hervorzurufen, ohne den Umsatz zu steigern.
- 2.) Dagegen sind die Umsätze abhängig von der chemischen und physikalischen Beschaffenheit und Struktur der Legierung, wie umfangreiche Untersuchungen an Modellmischungen in einer besonderen Arbeit zeigen. Die Seigerreste sind aber unsinheitlich und nur in groben Grenzen chemisch definiert (siehe die streuenden Werte der Erftwerkanalyse). Die hochschmelzenden ternären und quaternären Kristalle sind als gesättigte Körper der Mutterlauge auskristallisiert und verhalten sich auslösungsmäßig wiederum anders als die erstarrte Lösung (Mutterlauge).

Die Angaben vom Erftwerk 50 - 54 % Aluminium decken sich nicht mit unseren eigenen Analysen. Wir haben probeweise 65 - 70 % Aluminium analysiert. Das Material ist demnach von der chemischen wie physikalischen Seite nicht so gleichmäßig zusammengesetzt, so daß bei einer Anlieferung jedesmal neue Untersuchungen vor dem betrieblichen Einsatz erfolgen müßten. Die Kupferwerte streuen tatsächlich zwischen 6 und 14 %. In der Probe vom 20.12.1946 analysierten wir 15,8 % Kupfer. Diese hohen Kupferwerte erklären die schlechte Aufarbeitung der oben bezeichneten Probe, während bei Probe B grob vom 17.11.1946 (siehe Mitteilung 1) 90 % des Aluminiums aufgelöst wurden bei einem Kupfergehalt der Probe von rund 6 % und 65 - 70 % Aluminium. Dagegen lieferte die Probe grob vom 20.12.1946 mit 15,8 % Kupfer und 50 % Aluminium nur maximal 45 % Aluminiumpulverlösung, trotz aller denkbaren Versuchsvariationen auf der Alkohol- und Aktivierungsseite.

- 3.) Die Zerkleinerung führt offenbar durch Schaffung frischer Bruchflächen zu erhöhten Umsätzen, z.B. Probe B grob vom 17.11.1946

< 0,5 mm	9,0 % vom Gesamten	58 %-ige Auflösung
0,5 - 4 mm	30,5 % " "	87 " "
> 4 mm	60,5 % " "	98 " "
	100 %	Ø 90 " "

Wird die Zerkleinerung des an sich schon aktiven Materials zu weit getrieben, besteht allerdings die Gefahr der Butylenabspaltung. Betrieblich steht uns eine Stiftschlagmühle zur Vorbereitung des Ma-

terials zur Verfügung.

- 4.) Durch die Ausbildung von legierungstechnisch unerwünschten Kupfer-aluminid-Kristallen kann in jeder kupferhaltigen Legierung das Kupfer maximal den 0,8 fachen Anteil seines Gewichtes an Aluminium chemisch binden und so der Auflösung entziehen; mindestens aber werden bei mehr als 6 % Cu ( $\text{Cu \%} - 5,7$ ) x 0,8 Teile Aluminium der Auflösung entzogen.
- 5.) Die störende Wirkung des Kupfers kann durch Nickel infolge der lückenlosen Mischkristallbildung von Nickel und Kupfer und umgekehrt aufgehoben werden. Diese stellt eine sehr wichtige patentfähige Grundlagenerkenntnis unseres Alkoholatverfahrens dar mit technisch bedeutenden Perspektiven in England und Frankreich im Hinblick auf die gerade in diesen Ländern bevorzugte RR-Legierungen (Rolls Royce) entsprechend unseren deutschen Y-Legierungen mit 1,7 - 1,8 % Nickel und 4 % Kupfer. (Anmeldung im Augenblick leider nicht zeitgemäß).
- 6.) Außer Kupfer sind auf Grund der Grundlagenversuche an Modellmischungen der 16 gebräuchlichsten Aluminiumlegierungsgattungen Mangan und Magnesium als Störelemente bekannt geworden. Diese Elemente hemmen die Reaktionsgeschwindigkeit. Ihre ungünstige Wirkung wird aber durch geringe Mengen Antimon aufgehoben. Aus diesem Grunde reagiert K.S.-Seewasser mit 0,3 % Antimon schnell und quantitativ.
- 7.) Die vorliegende Arbeit weist über eine erschöpfende experimentelle Bearbeitung der Erftwerk-Seigerreste hinaus wichtige Grundlagenerkenntnisse auf. Die im Anhang beigegebenen Kurvenblätter gestatten, bei Kenntnis der chemischen Zusammensetzung eines Materials, Auflösungsgrad und Reaktionsgeschwindigkeit mit grober Wahrscheinlichkeit vorauszusagen.

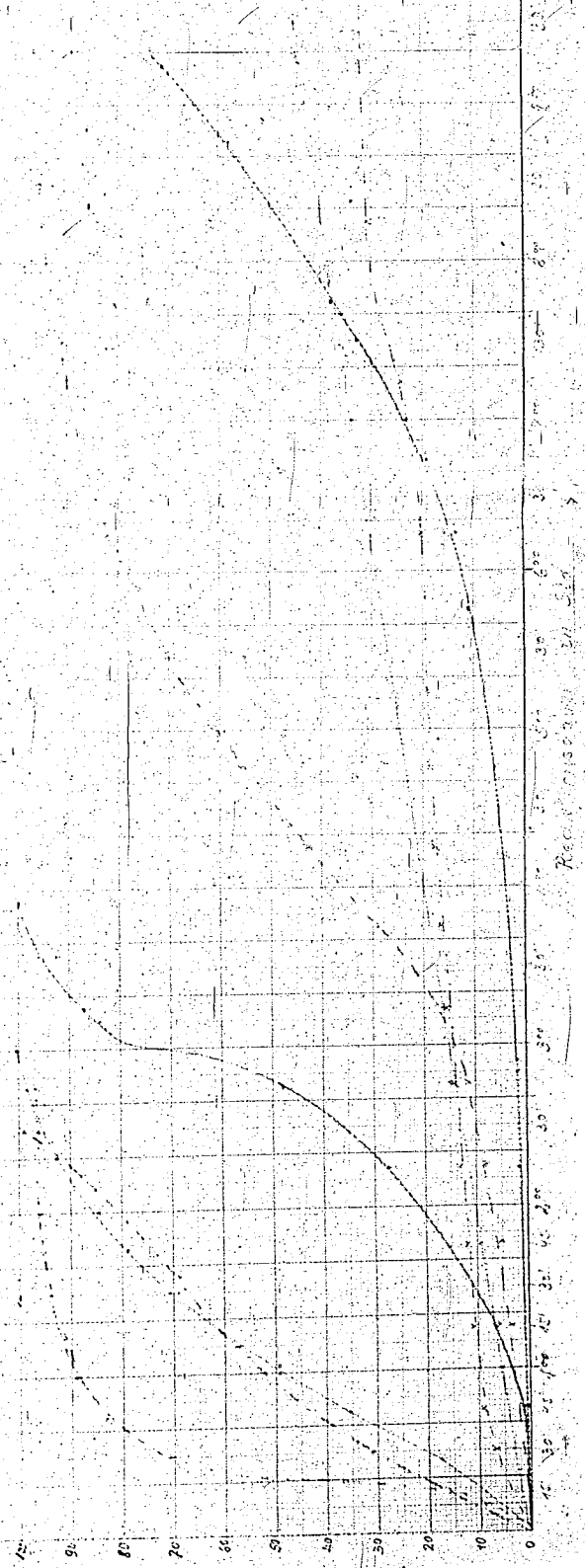
Anmerkung

Die Versuche wurden in der Forschung I von Herrn Haferkamp durchgeführt der auch die Versuchsprotokolle über den experimentellen Teil der Arbeit verfasste.



1952

1/2 the height and 1/2 the width of the figure



REC'D. 11/20/52

Molekularschwingen Dagestein

2473

7000 - 8000 cm<sup>-1</sup>

--- Versuch 1  
 --- Versuch 2  
 --- Versuch 3  
 --- Versuch 4  
 --- Versuch 5

Probe 1  
 " 2  
 " 3  
 " 4  
 Probe  
 Probe

172 = 35.55  
 172 = 35.70  
 172 = 35.85  
 172 = 36.00  
 172 = 36.15  
 172 = 36.30

52 = 13.75  
 52 = 13.90  
 52 = 14.05  
 52 = 14.20  
 52 = 14.35  
 52 = 14.50

172 = 35.55  
 172 = 35.70  
 172 = 35.85  
 172 = 36.00  
 172 = 36.15  
 172 = 36.30

172 = 35.55  
 172 = 35.70  
 172 = 35.85  
 172 = 36.00  
 172 = 36.15  
 172 = 36.30

