

Über die Bedeutung der Keimbildungs- und Kristallisationsgeschwindigkeit bei Fällung von Aluminiumhydroxid mit relativ großer Oberfläche, die auch bei dem entsprechenden α - Al_2O_3 vorhanden ist

(Kurze Mitteilung)

Influence of Inoculation and Crystallization Velocity at the Precipitation of Aluminum Hydroxide with Great Surface Persisting in the Corresponding α - Al_2O_3

Von

Alfons Krause und W. Radecka

Aus dem Institut für Anorganische Chemie der Universität Poznań

(Eingegangen am 14. Februar 1970)

Wenn man das Aluminiumoxidhydrat, das aus Al-Sulfatlösung mit Ammoniak gefällt wird, in röntgenamorphem Zustand erhalten will, muß man die Fällung schnell und bei möglichst tiefer Temperatur vornehmen. Sonst nämlich machen sich schon Anzeichen von Böhmit- (γ - AlOOH)-Bildung bemerkbar. Das gefällte Al-Hydroxid hat also die Tendenz zu kristallisieren, was auch als dessen Alterung bezeichnet wird, die in ihren Einzelheiten übrigens ein recht komplizierter physikalischer und chemischer Prozeß ist¹. Nun verhalten sich die amorphen Gele wie unterkühlte Flüssigkeiten² und sind daher gegebenenfalls einer spontanen Kristallisation ausgesetzt, wobei nach den Kristallisationsregeln von *Tammann*³ die Keimbildungs- (*Ke*) und Kristallisationsgeschwindigkeit (*Kr*) zu unterscheiden sind, deren Maxima meist bei verschiedenen Temperaturen liegen. Diese Regeln bedürfen, wie seinerzeit dargelegt wurde⁴, einer entsprechenden Modifizierung, wenn sie auf kolloide Systeme angewandt werden sollen. Nach Ansicht des Verf. sind Kolloide im isoelektrischen Punkt sozusagen am stärksten unterkühlt⁴. Die Beweglichkeit der zuvor starren Gelmolekeln nimmt im Hinblick auf eine

¹ Vgl. *R. Fricke* und *G. F. Hüttig*, Hydroxide und Oxidhydrate, Leipzig 1937; *R. Fricke* und *H. Schmäh*, Z. Naturforsch. **1**, 323 (1945); *K. Torcar*, Mh. Chem. **94**, 120 (1963); *A. Krause*, *W. Skupinowa* und *L. Lomozik*, Naturwiss. **57**, 88 (1970).

² *G. F. Hüttig*, Z. angew. Chem. **42**, 888 (1929).

³ *G. Tammann*, Der Glaszustand, Leipzig 1933.

⁴ *A. Krause*, Bull. Soc. amis Sci. Poznań **B 13**, 91 (1956).

mögliche Peptisation mit steigenden pH-Werten zu, ähnlich wie das in anderen Systemen bei steigender Temperatur der Fall ist. Die Maxima von K_e und K_r werden bei bestimmten, aber verschiedenen pH-Werten durchlaufen, wie aus den Angaben im Tab. 1 zu ersehen ist. Wenn die K_e groß ist, dann ist die Kristallisation schlecht und es resultiert ein Al-Hydroxidgel mit relativ großer Oberfläche, während bei großer K_r , aber kleiner K_e das Umgekehrte der Fall ist. Das Maximum der K_e liegt bei $0,03n\text{-NH}_3$ (*), während das Maximum der K_r auftritt, wenn die NH_3 -Konzentration in der über dem gefällten Al-Hydroxidgel stehenden Mutterlauge $1,95n\text{-NH}_3$ beträgt (**) (Tab. 1).

Tabelle 1. Aluminiumhydroxide, mit verschiedener NH_3 -Konzentration bei 18° gefällt

Nr.	NH_3 -Normalität über dem Bodenkörper	scheinbare Dichte (relativ)
1	$0,024n$	1
2	$0,030n$	0,76 (*)
3	$0,035n$	0,95
4	$0,55n$	1,33
5	$1,14n$	1,53
6	$1,95n$	1,64 (**)
7	$2,75n$	1,62
8	$3,21n$	1,60

Zwecks Ausführung der Versuche löst man $3 \text{ g Al}_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 18 \text{ H}_2\text{O}$ in 50 cm^3 destill. Wasser und versetzt diese Lösung unter dauerndem Umschwenken schnell mit 20 cm^3 Ammoniaklösung einer bestimmten Konzentration bei 18° . Nach Bestimmung der NH_3 -Normalität über den Bodenkörpern werden diese filtriert, möglichst schnell und gründlich ausgewaschen und an der Luft getrocknet. Die feingepulverten und durch Nylongaze (Porendurchmesser $0,12 \text{ mm}$) gesiebten Trockengele wurden auf ihre scheinbare Dichte geprüft, deren Werte in Tab. 1 angegeben sind.

Interessant ist, daß gerade das oberflächengrößte (*) Al-Hydroxid nach Glühen bei 800° ein $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ lieferte, das unter allen Al-Oxiden der vorliegenden Versuchsreihe die relativ größte Oberfläche hatte, was für die Praxis von einiger Bedeutung sein dürfte.