

sorptionsanalyse von Schwermetallen nach G. M. Sch'wab und K. Jockers<sup>7</sup> ohne weiteres verwendbar.

Stabilität des daraus gewonnenen  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Die aus den elektrolytfreien Präparaten durch Glühen hergestellten  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Sorten begannen sich

schon bei 900°C langsam in  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  umzuwandeln, während nur wenig verunreinigte Präparate bei dieser Temperatur meist als  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  noch gut beständig sind.

Hrn. Prof. Dr. Dr. Fricke danke ich für die Anregung und die Hilfe bei der Durchführung obiger Untersuchungen.

## Einfache Darstellung von gut durchgebildetem Bayerit

Von HANS SCHMÄH

(68. Mitteilung von R. Fricke und Mitarbeitern über Hydroxyde und Oxyhydrate aus dem Laboratorium für anorganische Chemie der Technischen Hochschule Stuttgart)<sup>1</sup>

(Z. Naturforschg. 1, 323—324 [1946]; eingegangen am 21. Mai 1946)

Bayerit, das gegenüber Hydrargillit metastabile<sup>2</sup>  $\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$ , gewinnt man einerseits durch Altern von amorphem  $\text{Al}(\text{OH})_3$ <sup>3</sup> oder von Böhmit<sup>4</sup> unter Wasser<sup>5</sup>, das nicht im geringsten sauer sein darf<sup>6</sup>, oder unter Alkali<sup>7</sup>, andererseits bei geeignet geleiteter, d. h. nicht zu langsam vor sich gehender Hydrolyse von Alkali-Aluminat-Lösungen<sup>8</sup>.

Bayerit kristallisiert hexagonal<sup>9</sup>, Hydrargillit monoklin pseudo-hexagonal<sup>10</sup>. Zwischen beiden Kristallarten gibt es in ihrer Struktur noch ungeklärte Übergangsstufen, die man als Bayerit B<sup>6</sup>, C<sup>6</sup> usw. bezeichnet und die im Gegensatz zu Bayerit und Hydrargillit vielleicht keine definierten Modifikationen, sondern feste Lösungen oder ähnliches vorstellen<sup>8</sup>.

Die genannten Darstellungsarten des Bayerit sind entweder zeitraubend oder unsicher. Letzteres gilt insbesondere auch für die Gewinnung aus Aluminatlösung wegen der Gefahr der Bildung von Hydrargillit oder Bayerit B. Ein Verfahren, welches bequem und sicher über das sogenannte „Schuppen-Gel“ hinweg zu gut durchkristallisiertem Bayerit (A) führt, ist folgendes:

Aluminiumblech in Bandform (Merck) 99,99% wird in Stücke zerschnitten und durch Spülen mit

frisch destilliertem Aceton entfettet. Sodann werden die Stücke durch schnelles Eintauchen in 0,1-n.  $\text{HgCl}_2$ -Lösung leicht amalgamiert, anschließend sofort gründlich mit fettfreiem destilliertem Wasser gespült und danach mit Leitfähigkeitswasser übergossen. Nach Umschütteln wird das Leitfähigkeitswasser abgossen und durch frisches ersetzt. Nachdem diese Operation noch zweimal wiederholt ist, wird ein Schliffstopfen und Steigrohr aufgesetzt, dessen oberes Ende mit einem Natronkalkrohr abgeschlossen ist.

Das Aluminiumblech reagiert langsam mit dem Wasser. Es bildet sich ein zunächst durch unzeretzte Aluminiumfitterchen gräulich gefärbtes Produkt, das aus kleinen durchscheinenden, schuppenförmigen Flöckchen besteht. Die völlige Auflösung des Bleches nimmt einige Tage in Anspruch. Die zunächst gräulich gefärbten Flocken verlieren dann schließlich ihre Farbe und werden rein weiß.

Das Präparat ist zunächst röntgenamorphes  $\alpha$ -Gel. Schon nach wenigen Stunden gehen die zu Anfang durchscheinenden Flöckchen in einen fein verteilten kreidigweißen Zustand über. Röntgenographisch handelt es sich um Alterung über eine kaum zu fassende  $\beta$ -Stufe zum  $\gamma$ -„Gel“ und darüber hinaus zu einem nach Ausweis der Röntgeno-

<sup>6</sup> H. Kraut, E. Flake, W. Schmidt u. H. Volmer, Ber. dtsch. chem. Ges. 75, 1357 [1942].

<sup>7</sup> R. Fricke u. K. Meyring, Z. anorg. allg. Chem. 214, 269 [1933].

<sup>8</sup> R. Fricke, Z. anorg. allg. Chem. 179, 287 [1929].

<sup>9</sup> Bezgl. der Struktur vergl. V. Montoro, Ric. sci. Progr. tecn. Econ. naz. 13, 565 [1942]; Chem. Zbl. 1943 I, 1355.

<sup>10</sup> Struktur aufgeklärt von H. D. Megaw, Z. Kristallogr. 87, 185 [1934].

<sup>1</sup> 67. Mittlg. von H. Schmäh voranstehend.

<sup>2</sup> R. Fricke, Z. anorg. allg. Chem. 175, 249 [1928]; R. Fricke u. B. Wulthorst, Z. anorg. allg. Chem. 205, 127 [1932]; R. Fricke u. H. Severin, Z. anorg. allg. Chem. 205, 287 [1932].

<sup>3</sup> Struktur siehe bei S. Geiling u. R. Glocker, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 49, 269 [1943].

<sup>4</sup> Vergl. Fricke-Hüttig, Hydroxyde und Oxyhydrate, Akad. Verl.-Ges. Leipzig 1937, S. 60.

<sup>5</sup> J. Böhm, Z. anorg. allg. Chem. 149, 205 [1925]; L. Havestadt u. R. Fricke, Z. anorg. allg. Chem. 188, 357 [1930].



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

gramme sehr gut durchkristallisierten Bayerit. Die Bayerit-Linien sind schon nach 25 bis 30 Stunden vorhanden, nach etwas längerer Wartezeit sehr gut durchgebildet.

Während des ganzen Vorganges wird nicht erhitzt. Man kann den Verlauf durch Zugabe von

ein wenig Alkali beschleunigen. Doch besteht dann die Gefahr, daß schon Bayerit B bzw. C gebildet wird<sup>6</sup>.

Hrn. Prof. Dr. Dr. Fricke danke ich für die Anregung und die Hilfe bei der Durchführung obiger Untersuchung.

## Über die schonende Inaktivierung von pyrophoren Stoffen

Von HERMANN MÜLLER †

(75. Mitteilung von R. Fricke und Mitarbeitern über aktive feste Stoffe aus dem Laboratorium für anorganische Chemie der Technischen Hochschule Stuttgart)

Z. Naturforschg. 1, 324 [1946]; eingegangen am 2. Mai 1946)

Bei pyrophoren Stoffen kann man eine „spontane“ Pyrophorität von der gewöhnlichen Pyrophorität unterscheiden. Spontan pyrophor sind Materialien, welche in Berührung mit Luft sofort aufglühen, während die einfach pyrophoren Substanzen erst nach Berührung mit einem heißen Gegenstand zünden und weiterbrennen.

Die Hantierung mit pyrophoren Substanzen wird wesentlich erleichtert, wenn sie nur noch einfach pyrophor sind. Dies (unten einfach als Inaktivierung bezeichnet) wurde früher erreicht durch Öffnen der das spontan pyrophore Material enthaltenden Glasgefäßen unter einer sauerstofffreien 0,5-proz. Lösung von Acetylcellulose in Aceton, Abgießen der überstehenden Lösung und Abdunstenlassen des Lösungsmittels<sup>1</sup>.

Später zeigte sich, daß eine Beimischung von Acetylcellulose zu der Inaktivierungsflüssigkeit nicht notwendig war. Die Inaktivierung geschah dann durch Öffnen der Glasgefäßen unter 96-proz. Äthylalkohol<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> R. Fricke u. F. R. Meyer, Z. physik. Chem. (A) 183, 177 [1938].

<sup>2</sup> R. Fricke u. W. Schweckendiek, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 46, 90 [1940].

Es wurden nun weitere Versuche unternommen, um festzustellen, ob der Sauerstoffgehalt der Lösungsmittelmoleküle oder der Luftsauerstoffgehalt der betr. Lösungsmittel für die Inaktivierung von Bedeutung war. Die Versuche wurden mit pyrophorem Kobalt<sup>3</sup> durchgeführt. Hierbei zeigte sich erstaunlicherweise, daß eine Inaktivierung auch unter reinen Kohlenwasserstoffen, wie z. B. Petroläther oder Ligroin, möglich war, ja daß sie sogar ohne weiteres gelang, nachdem die Kohlenwasserstoffe durch gründliches Siedenlassen am Rückflußkühler unter Durchleiten von sauerstofffreiem  $H_2$  oder  $N_2$  ganz von Luftsauerstoff befreit worden waren<sup>4</sup>.

Die Erklärung kann nur darin zu suchen sein, daß beim Abdunsten des Lösungsmittels von der Substanz der Luftsauerstoff so langsam Zutritt, daß sich ohne Zündung eine oberflächliche Oxydhaut auf der Substanz bildet, die das darunter liegende Material schützt<sup>5</sup>.

<sup>3</sup> R. Fricke u. Hermann Müller, Naturwiss. 30, 439 [1942].

<sup>4</sup> F. R. Meyer u. G. Ronge, Angew. Chem. 52, 637 [1939].

<sup>5</sup> Vergl. auch A. Winkel u. R. Haul, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 44, 611 [1938].