

Det Kgl. Danske Videnskabernes Selskab.

Mathematisk-fysiske Meddelelser. **III**, 15.

ZUR KENNTNIS
DES ALUMINIUMAMALGAMS

VON

I. FOGH

MIT 1 TAFEL



KØBENHAVN

HOVEDKOMMISSIONÆR: ANDR. FRED. HØST & SØN, KGL. HOF-BOGHANDEL
BIANCO LUNOS BOGTRYKKERI

1921

BEI einer experimentellen Nachprüfung der von Oersted im Jahre 1825 angewandten Methode zur Darstellung von metallischem Aluminium durch Einwirkung von Kaliumamalgam auf Aluminiumchlorid war es von Interesse, den Betrag der Löslichkeit des Aluminiums in Quecksilber, und zwar sowohl bei gewöhnlicher Temperatur als bei dem Siedepunkt des Quecksilbers, wenigstens annähernd zu kennen. Ich habe daher eine Reihe von Versuchen in dieser Richtung angestellt.

Um das Quecksilber bei Siedehitze mit Aluminium zu sättigen, wurde dasselbe in einem Reagenzglase aus Jenaglas mit einem Streifen Aluminiumblech im Wasserstoffstrome erwärmt. Mittels eines abgeplatteten auf und ab beweglichen Glasstabes konnte das zusammengerollte Blech unter der Oberfläche des Quecksilbers festgehalten und später das fertige Amalgam gut durchgerührt werden. Nach 2—3stündigem Kochen war die Lösung gesättigt, was daran erkannt wurde, dass das Metall an der Oberfläche dickflüssig und breiartig geworden war. Dafür wurde mit der Saugpumpe ein Teil des heissen Amalgams in ein Glasrohr aufgesaugt, wobei es durch einen Pfropfen von Glaswolle, der in einer Erweiterung am unteren Ende des Rohres angebracht war, ganz blank filtriert wurde. Nach dem Erkalten wurde das Amalgam gewogen und mit Salzsäure zersetzt und das in Lösung gegangene Aluminium als Oxyd bestimmt.

Aus 82,4 g Amalgam erhielt ich 0,319 g Aluminium, entsprechend 0,387 g Aluminium auf 100 g Amalgam.

Ein zweiter Versuch ergab in 104,6 g der heiss gesättigten Lösung 0,402 g Aluminium, also auf 100 g Amalgam 0,384 g Aluminium.

Nach 24stündigem Stehen bei gewöhnlicher Temperatur und Filtration durch Glaswolle fand ich in 86,7 g Amalgam 0,0019 g Aluminium, also in 100 g der kaltgesättigten Lösung nur 0,002 g Aluminium.

Der Versuch wurde in grösserem Masstabe wiederholt. Hierzu diente eine an dem einen Ende ausgezogene und knieförmig gebogene Jenaröhre; an der Biegungsstelle war ein Filter aus Glaswolle angebracht. Nachdem Aluminiumstreifen von passender Länge eingelegt und die Röhre auch an dem anderen Ende ausgezogen und gebogen worden war, wurde sie zur Hälfte mit Quecksilber gefüllt und in horizontaler Lage in einem Gasofen erhitzt. Nach 3stündigem Kochen wurde durch Neigen des Apparates bewirkt, dass die Lösung unter dem Drucke des eingeleiteten Wasserstoffs durch die Glaswolle hindurch in eine mit Wasserstoff gefüllte Vorlage floss.

Aus 384,5 g der nach 24stündigem Stehen bei gewöhnlicher Temperatur filtrierten Lösung erhielt ich 0,0069 g Aluminium, entsprechend 0,0018 g Aluminium auf 100 g der kaltgesättigten Lösung.

Da nach obigen Versuchen 100 g Quecksilber bei Siedehitze etwa 0,38 g Aluminium lösen und andererseits 0,38 g Aluminium mit 1,6 g Kalium äquivalent sind, so folgt, dass bei der Reduktion des Aluminiumchlorids nach dem Oerstedschen Verfahren das Kaliumamalgam nicht mehr als 1,6 pCt. Kalium enthalten darf. Ist es konzentrierter, so scheidet sich ein Teil des reduzierten Aluminiums

als schwarzes, schlammiges Pulver aus und ist in metallischer Form nicht zu gewinnen.

Die beim Erkalten der heissgesättigten Lösung an der Oberfläche sich ausscheidende breiige Masse enthält also die Hauptmenge des Aluminiums. Sie zeigt im Mikroskop dendritische Struktur. Wahrscheinlich ist es ein solches Präparat, welches J.-B. BAILLE und C. FÉRY¹ als ein festes Aluminiumamalgam aufgefasst haben. Sie haben die mikrokristallinische Struktur erkannt und 8,8 pCt. Aluminium gefunden, was mit der Formel Al_2Hg_3 übereinstimmt.

Tatsächlich kann man aber noch einen grossen Teil der dieser Formel entsprechenden Quecksilbermenge mechanisch entfernen, wenn man das Präparat, mit Paraffinöl bedeckt, auf Glaswolle bringt und zentrifugiert. Auf diese Weise wurde eine mattgraue Substanz erhalten, welche im Mikroskop ein Gewirr von feinen Nadeln erkennen liess und 37 pCt. Aluminium enthielt, also 4 bis 5 Atome Aluminium auf ein Atom Quecksilber. Beim Erwärmen schmolz das Präparat nicht; das Quecksilber verdampfte leicht und vollständig, und dabei schien sich die kristallinische Struktur nicht zu ändern. Am wahrscheinlichsten ist daher die Annahme, dass dieses Präparat aus Aluminiumkristallen besteht, an deren Oberfläche noch sehr viel Quecksilber haftet. Die Mikrophotographie, Fig. 1, zeigt das Aluminium nach dem Abdestillieren des Quecksilbers. (Vergrösserung 7fach).

Es war zu erwarten, dass das Aluminium sich noch besser von dem anhaftenden Quecksilber befreien liesse, wenn es gelänge, dasselbe in grösseren wohlausgebildeten Kristallen zu erhalten. Zu diesem Zwecke wurde die siedend heiss filtrierte Lösung in einer auf 350° C. vorge-

¹ Ann. de Chim. et de Physique. 6. série, tome XVII, pag. 246.

wärmten Vorlage aufgefangen, welche in einem elektrischen Widerstandsofen lag und mit Asbest umgeben war; durch Regulieren des Stromes wurde dafür gesorgt, dass eine ganz langsame und sehr gleichmässige Abkühlung stattfand. Nach Verlauf von 5 Stunden war die Temperatur auf 40° C. gefallen; das Präparat wurde, mit Paraffinöl bedeckt, 20 Stunden sich selbst überlassen. Als dann das Quecksilber durch Filtrieren und Centrifugieren so weit als möglich entfernt war, blieb eine metallglänzende Masse übrig, in welcher schon bei ganz schwacher Vergrösserung Kristalle zu erkennen waren. Die Photographie, Fig. 2, zeigt ein solches Präparat. (Vergrösserung 15fach.)

Der Gehalt an Aluminium war hier 50 pCt., entsprechend 7 bis 8 Aluminiumatomen auf ein Atom Quecksilber. Die Kristalle schmolzen beim Erwärmen nicht; nachdem das Quecksilber verdampft war, zeigte es sich sehr deutlich, dass die Kristallform keine Änderung erlitten hatte. Die Photographie, Fig. 3, zeigt das reine Aluminium nach dem Abdestillieren des Quecksilbers. (Vergrösserung 15fach). Ein Vergleich der beiden Figg. 2 und 3 wird überzeugend dartun, dass auch das bei langsamem Erkalten erhaltene Präparat nicht als ein Aluminiumamalgam, sondern als oberflächlich amalgamiertes Aluminium aufzufassen ist.

Die Einwirkung des siedenden Quecksilbers auf das Aluminium scheint also nur in einem Auflösen und Umkristallisieren zu bestehen. Die heiss gesättigte Lösung enthält in 100 g etwa 0,38 g Aluminium, die bei gewöhnlicher Temperatur gesättigte Lösung in der gleichen Menge nur 2 mg Aluminium.



Fig. 1.



Fig. 2.

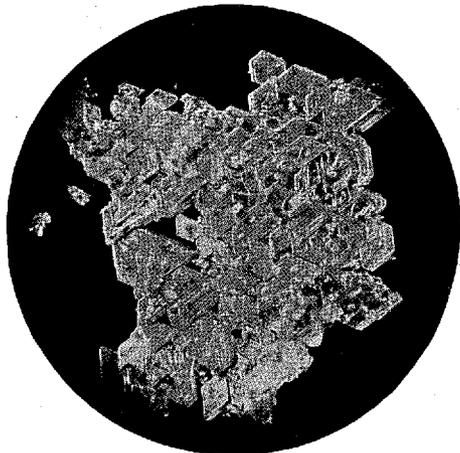


Fig. 3.