

## Über Aluminiumhydroxyde und ihre Entwässerungsprodukte

Von Prof. Dr. O. GLEMSEK und cand. chem. G. RIECK

Aus dem Anorganisch-chemischen Institut  
der Universität Göttingen

Zahlreiche Veröffentlichungen über Aluminiumhydroxyde und ihre Entwässerungsprodukte<sup>1)</sup> zeigen das große Interesse an diesem Arbeitsgebiet. Wir berichten im folgenden kurz über unsere Versuche mit den Hydroxyden Hydrargillit ( $\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$ ), Bayerit ( $\gamma'\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) und Böhmit ( $\gamma\text{-AlOOH}$ ) sowie die Phasen, die bei deren thermischer Zersetzung auftreten. Die verwendeten Ausgangshydroxyde waren, wie die analytische Untersuchung ergab, sehr rein.

Zur Charakterisierung der Präparate wurden nachstehende Methoden herangezogen: a) Abbau der Hydroxyde durch fortlaufende Erhitzung in der Thermowaage; b) Abbau der mit Radiothor indizierten Hydroxyde (Emaniermethode nach Otto Hahn<sup>2)</sup>) und fortlaufende Registrierung der entstandenen Thorium-Emanation durch eine Zählrohrapparatur mit Schreibeinrichtung. Diese Methode war vorteilhaft, da alle Gitterumwandlungen sich in der Emanationsabgabe bemerkbar machten. c) Debye-Scherrer-Aufnahmen der auf Raumtemperatur abgeschreckten Proben und entspr. Hochtemperaturaufnahmen. d) Messung der Ultrarotabsorptionsspektren. Mit diesen kann man die einzelnen Aluminiumhydroxyde unterscheiden, wie auch Frederickson jr.<sup>3)</sup> angegeben hat. Außerdem zeigen manche Aluminiumoxyde charakteristische Absorptionsbanden im Bereich von etwa 10 bis 14  $\mu$ , die eine Kennzeichnung der Präparate erlauben.

Die Auswertung der Ergebnisse der verschiedenen Untersuchungsverfahren gibt Bild 1 (s. unten) wieder. Das erste aus Hydrargillit entstandene Oxyd bezeichnen wir als  $\epsilon\text{-Al}_2\text{O}_3$ , da offensichtlich eine einheitliche Phase vorliegt. Da bei der Zersetzung von Bayerit wie Hydrargillit als erstes Abbauprodukt nicht nur Böhmit<sup>4)</sup> entsteht, ist dessen Darstellung auf diesem Wege nicht ratsam. Vielleicht ist dies, neben der Verwendung nicht reiner Ausgangshydroxyde, mit ein Grund, weshalb in der Literatur teilweise voneinander abweichende Angaben über Aluminiumoxyde zu finden sind.

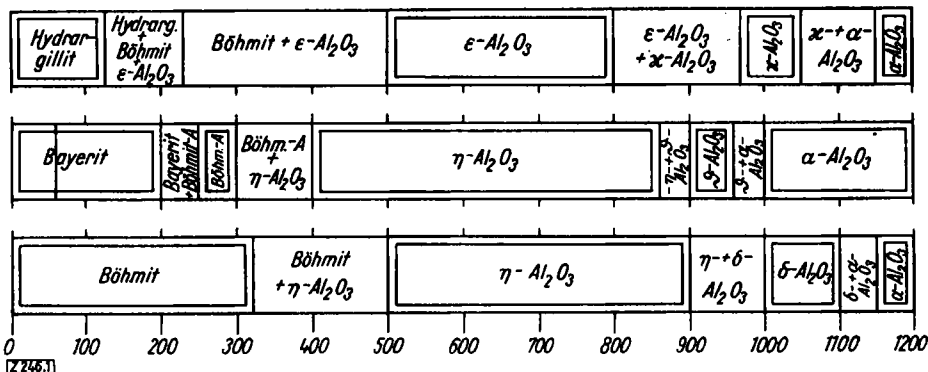


Bild 1. Phasenverhältnisse beim thermischen Abbau von Aluminiumhydroxyden. Einheitliche Phasen sind doppelumrandet; die Phasengrenzen sind das Ergebnis der verschiedenen Untersuchungsmethoden. Die Phasenübergänge sind stetig<sup>5)</sup>.

Die ausführlichen Veröffentlichungen erscheinen in der Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie.

Eingeg. am 5. Oktober 1955 [Z 246]

<sup>1)</sup> M. Prettre, B. Imelik, L. Blanchin u. M. Petitjean, diese Ztschr. 65, 549 [1953]; B. Imelik, M. Petitjean u. M. Prettre, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 238, 900 [1954]; D. Papée u. R. Tertian, Bull. Soc. chim. France 1955, 983; C. Eyraud, R. Goton u. M. Prettre, C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 240, 1082 [1955] und andere.

<sup>2)</sup> O. Hahn, Naturwissenschaften 17, 296 [1929].

<sup>3)</sup> L. D. Frederickson jr., Analytic. Chem. 26, 1883 [1954].

<sup>4)</sup> Die aus Bayerit entstandene Phase zeigt Abweichungen vom Böhmitdiagramm; wir nennen sie deshalb Böhmit-A.

<sup>5)</sup> Die verwendete Nomenklatur bei den Oxyden entspricht der von Prettre u. Mitarb.<sup>1)</sup>.

## Gasförmiges Eisen(III)-jodid

Von Prof. Dr. HARALD SCHÄFER und Dr. W. J. HÖNES  
Aus dem Anorganisch-Chemischen Institut der Universität Münster  
und dem Max-Planck-Institut für Metallforschung in Stuttgart

W. Hieber und H. Lagally<sup>1)</sup> beobachteten die Entstehung geringer Mengen von Eisen(III)-jodid, vermisch mit Eisen(II)-jodid, als Nebenprodukt bei der thermischen Zersetzung des Eisentetracarbonyl-jodids. Die Darstellung des Trijodids aus den Elementen ist bisher nicht gelungen.

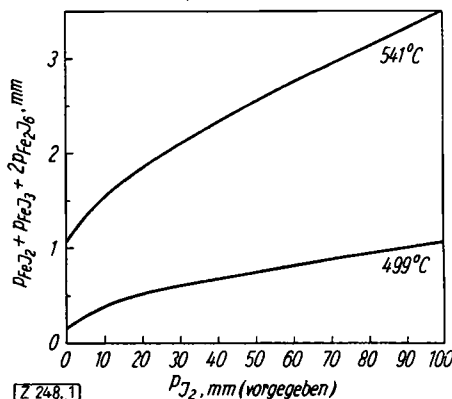


Bild 1. Sättigungsdrucke

Bei unserer Temperung von  $\text{FeJ}_3 + \text{J}_2$  mit nachfolgender röntgenographischer Prüfung ergab sich ebenso wenig ein Anzeichen für das Auftreten des Trijodids wie bei thermischen Analysen. Offenbar ist das feste  $\text{FeJ}_3$  thermodynamisch instabil. In der Gasphase kann das Trijodid dagegen in bedeutender Konzentration auftreten.

Mit Stickstoff als Trägergas wurde der Sättigungsdruck über festem und flüssigem  $\text{FeJ}_3$  bei verschiedenen Temperaturen ermittelt. Die verflüchtigte Eisenjodid-Menge nahm bedeutend zu, wenn das Stickstoff-Trägergas mit Jod vorbeladen wurde. Beispiele hierfür bringt Bild 1. Die weitere Auswertung hat ergeben, daß die Gasphase  $\text{FeJ}_3$ ,  $\text{J}_2$ ,  $\text{FeJ}_2$  und  $\text{Fe}_2\text{J}_6$  nebeneinander enthält.

Eine ausführliche Mitteilung wird in der Zeitschrift für anorg. und allgem. Chemie erscheinen. Eingeg. am 6. Oktober 1955 [Z 248]

## Mannich-Reaktionen mit $\omega$ -Phenyl-hydräzenen und $\omega$ -Oximen von $\alpha$ -Keto-aldehyden

Von Doz. Dr. WALTER RIED  
und GÜNTHER KEIL<sup>2)</sup>

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität  
Frankfurt/Main

Aldoxime und Aldehyd-phenylhydrazone bilden keine Mannich-Basen. Befindet sich aber in  $\alpha$ -Stellung zur Phenyl-hydräzon- oder Oxim-Gruppierung eine freie Carbonyl-Gruppe, so setzen sich nach unseren Versuchen diese  $\omega$ -Phenyl-hydräzone bzw.  $\omega$ -Oxime

<sup>1)</sup> Z. anorg. allg. Chem. 245, 295 [1940].

<sup>2)</sup> Auszug aus der Dipl.-Arbeit G. Keil, Frankfurt/Main 1955.