VIII. *Ueber Darstellung des Aluminiums;* *von C. Brunner.*

(Vom Hrn. Verfasser mitgetheilt aus d. Berner Mittheilungen. Mai 1856.)

Berzelius lehrte zuerst durch die Anwendung der alkalischen Metalle aus einigen Fluorverbindungen die vorher noch nicht isolirten oder nur sehr unvollkommen bekannten Radicale darzustellen. Seine Versuche betrafen das Silicium, das Bor und das Zirkonium.

Indem er die Verbindungen dieser Körper mit Chlor und Fluor der Einwirkung des Kaliums aussetzte, gelang es, die Radicale derselben zu isoliren. Es scheint nicht, daß er diese Methode auf die übrigen Erdmetalle ausgedehnt habe.

Mittlerweile war durch die Entdeckung der wasserfreien Chlorverbindungen derselben und die von Wöhler zuerst ausgeführte Bereitung des Aluminiums aus dem Chloraluminium ein neuer Weg eröffnet worden, auf welchem nun die Metalle der Thonerde, Thorerde, Beryllerde und Talkerde aus den betreffenden Chlorverbindungen erhalten wurden.

Die genauere Kenntniß des Aluminiums, die wir vorzüglich den Bemühungen Deville's verdanken, welchem es gelang, mit großartigen Mitteln die Versuche Wöhler's in einem vorher kaum geahnten Maafsstabe auszuführen, lenkte die Aufmerksamkeit der Chemiker von Neuem auf diese Reductionsversuche, und H. Rose hatte, wie es scheint, zuerst den glücklichen Gedanken, wieder eine Fluorverbindung hiezu in Anwendung zu bringen. Es war dieses das unter dem Namen von Kryolith bekannte grönländische Mineral, welches von Berzelius als eine sauerstofffreie Verbindung von Fluoraluminium und Fluornatrium erkannt worden war.

Die Leichtigkeit, mit welcher aus diesem Fossil durch Glühen mit Kalium oder Natrium unter Zusatz eines

schieklichen Flufsmittels (Kochsalz oder Chlorkalium) das Aluminium in geflossenen Kugeln von vollkommen metallischer Natur erhalten werden kann, ist wirklich überraschend. Wenn man, wie es mir durch die Güte des Hrn. Deville vergönnt war, Zeuge dieser Reduction war, so verschwindet das Wunderbare jener gewaltigen Stücke dieses Metalles, welche auf der letztjährigen Pariser Ausstellung zu sehen waren.

Soll jedoch die Anwendung des Aluminiums zu einer eigentlichen technischen gebracht werden, so sind hiezu zweierlei Bedingungen erforderlich, nämlich Sicherung des Rohstoffes, aus dem es bereitet wird, und wohlfeilere Darstellung. Jede Verbesserung des Verfahrens in einer dieser beiden Richtungen kann nicht ganz der Beachtung unwerth seyn.

Was zunächst den Rohstoff betrifft, aus welchem das Aluminium dargestellt werden kann, so dürfte man der Meinung seyn, dafs es wohl an Thonerde so bald nicht fehlen werde. Bedenkt man aber, dafs dieselbe aus dem rohen Zustande, wie sie uns die Natur darbietet, zuerst durch mehrere Operationen gereinigt und dann in Chloraluminium umgeschaffen werden mufs, dafs man in Bezug auf die Aluminiumbereitung dieses oder den Kryolith als Rohstoff oder erstes Präparat ansehen mufs, so erhält die Sache eine andere Bedeutung.

Könnte man mit Sicherheit annehmen, dafs der Kryolith fortwährend in grofsen Massen und daher zu billigen Preisen zu bekommen sey, so dürfte es beinahe überflüssig scheinen, sich nach einem andern Material umzusehen. Allein Niemand bürgt uns dafür, dafs es nicht ein blofsen Zufall sey, welcher Hrn. Rose dieses Material in solcher Menge zur Verfügung stellte.

Der Mangel an diesem Fossil führte mich auf den Gedanken, eine demselben ähnliche Verbindung künstlich darzustellen. Da dieses sehr leicht gelang, so erlaube ich mir hiemit, die ganze Folge des anzuwendenden Verfahrens zu beschreiben. Ich darf vielleicht hoffen, dafs, abgesehen

von dem vorliegenden Zwecke, diese Erfahrung noch zu anderweitigen nützlichen Ergebnissen führen dürfte.

Vorerst handelte es sich um eine practische Methode, reine Thonerde zu bereiten. Steht Ammoniakalaun zu Gebote, so dürfte wohl das einfachste Verfahren seyn, sich dieselbe durch starkes Glühen dieses Salzes zu verschaffen. Da jedoch dasselbe nicht überall zu bekommen ist, so sieht man sich auf den gewöhnlichen Kalialaun angewiesen. Das bekannte Verfahren, aus diesem die Thonerde durch Niederschlagen mit kohlensaurem Ammoniak darzustellen, ist schon ein für die Technik beinahe unausführbares. Abgesehen von der Verwendung einer Menge des Ammoniaksalzes, ist das Auswaschen eines Thonerdeniederschlages eine Arbeit, welche Geduld und Zeit in nicht geringem Maasse in Anspruch nimmt.

Viel leichter erreicht man seinen Zweck auf folgende Art:

Durch öfteres Umkrystallisiren von Eisen so gut als möglich befreiter Alaun wird auf die bekannte Art zu Alumen ustum gebrannt. Man erhitzt dabei das Salz so weit, daß bereits Dämpfe von Schwefelsäure sich zu erkennen geben. Alsdaun wird die Masse zur Raumersparung zu einem gröblichen Pulver zerstampft und dieses in einem Tiegel während etwa zwei Stunden einer guten Rohglühhitze ausgesetzt. Nach dem Erkalten wird die zusammengeickerte Masse zerrieben und mit Wasser annähernd ausgewaschen. Das so erhaltene Präparat ist nun Thonerde, die noch eine geringe Menge Schwefelsäure (ohne Zweifel als basisches Salz) zurückhält, die durch kein Auswaschen entfernt werden kann ¹⁾. Man trocknet nun die unvoll-

1) Bei der Bereitung des Alumen ustum ist, wie bekannt, die erste Wirkung das Entfernen des Wassers. Dieser folgt aber auf dem Fusse die Zersetzung des Salzes, welche zunächst darin besteht, daß die schwefelsaure Thonerde ihre Säure theilweise abgibt und sich in basisches Salz verwandelt. Wird die Arbeit in einem gewissen Zeitpunkt unterbrochen, so kann durch Wasser doppelt schwefelsaures Kali ausgezogen und dieses sogar durch Abdampfen krystallisirt erhalten werden. Durch länger

ständig gewaschene Masse so weit, daß sie von der Filtrirleinwand abgenommen werden kann, und rührt sie mit einer concentrirten Lösung von kohlensaurem Natron an. Hiezu ist nur eine geringe Menge dieses Salzes, höchstens $\frac{1}{10}$ des in Arbeit genommenen Alauns erforderlich. Das breiartige Gemenge wird nun eingetrocknet und der Rückstand etwa eine Stunde lang mäsig geglüht. Durch diese Operation wird der basisch-schwefelsauren Thonerde ihre Säure vollständig entzogen. Kocht man die gebrannte Masse mit Wasser aus, so ist der Rückstand reine Thonerde, welche sich leicht und vollständig auswaschen läßt.

Würde bei der letztern Operation eine größere Menge kohlensauren Natrons genommen, als oben angegeben ist, so geht ein Theil der Thonerde mit diesem in Verbindung, löst sich beim Auswaschen auf und geht für die Bereitung verloren. Bei dem angegebenen Verhältniß ist dieser Verlust ganz unbedeutend.

Um nun die Thonerde in Fluoraluminium zu verwandeln, wird sie bei höherer Temperatur den Dämpfen von Fluorwasserstoffsäure ausgesetzt. Zu diesem Ende bringt man sie, wenn der Versuch mit kleinen Mengen, z. B. 8 Grm., gemacht werden soll, in einen Platintiegel, hängt diesen mittelst eines Eisendrahts über einer guten Spirituslampe oder einem Kohlenfeuer in schiefer Stellung auf und erhitzt ihn bis zum eben anfangenden Glühen. Alsdann läßt man die fluorwasserstoffsäuren Dämpfe, die aus einer Blei- oder Platinretorte entwickelt werden, mitten in die Thonerde hineindringen, die man, um alle Theile mit dem Gase in Berührung zu bringen, mit einem Platinspatel öfter umrührt.

Da bei dieser Operation das Thonerdepulver sein Ansehen nicht merklich verändert, so beobachtet man, um das Fortschreiten und zuletzt die Beendigung der Arbeit zu beurtheilen, von Zeit zu Zeit die Gewichtszunahme der

fortgesetztes Glühen würde zuletzt auch dieses in neutrales Salz verwandelt werden, welcher Punkt jedoch zu unserm Zweck zu erreichen unnöthig ist.

Substanz. Am bequemsten ist es, den Tiegel mit seinem (abgewogenen) Inhalte zu tariren und durch öfteres Wägen seine Gewichtszunahme zu bestimmen.

Die Rechnung ergibt nämlich, daß, wenn die Thonerde Al_2O_3 in Al_2F_6 übergeht (und diese Verbindung scheint sich hier zu bilden), 100 Theile zu 163,3 werden müssen. Diesen Punkt erreicht man nur nach ziemlich langer Arbeit, indessen kann er wirklich erreicht werden. Der Grund mag darin liegen, daß das entstehende Fluoraluminium die noch übrige Thonerde einschließt und hiedurch die gänzliche Umwandlung erschwert wird. Zu dem nachherigen Gebrauche hat jedoch dieser Umstand keinen wesentlichen Nachtheil. Man erpart Zeit und Mühe, wenn man die Vermehrung nur bis auf 150 fortsetzt. Wesentlich ist bei dieser Operation der richtige Wärmegrad, da bei höhern und niedrigern Temperaturen die Verbindung viel schwieriger entsteht. Eine kaum anfangende Glühhitze scheint die günstige Temperatur zu seyn. Ebenso ist ein öfteres, ja bei größeren Mengen ein fortwährendes Umrühren sehr zu empfehlen.

Bei Zubereitungen unter Anwendung von 8 Grammen Thonerde erforderte diese Operation gewöhnlich $1\frac{1}{2}$ Stunden. Es ist aber klar, daß bei gehöriger Einrichtung des Apparates in der nämlichen Zeit eben so viele Pfunde dargestellt werden könnten. Das so erhaltene Präparat nimmt beinahe das doppelte Volumen der ursprünglichen geglühten Thonerde ein, welche Volumenvermehrung vorzüglich gegen das Ende der Operation eintritt. Man bewahrt es in Gläsern auf

Zur Reduction des Metalles bediente ich mich der von Rose und Deville empfohlenen Methode.

Man schichtet in einem hessischen Tiegel eine beliebige Menge des nach der so eben beschriebenen Methode bereiteten Fluoraluminiums mit $\frac{1}{2}$ seines Gewichtes in dünne Scheiben zerschnittenen Natriums ¹⁾, drückt das Gemenge

1) Am besten ist es, die Natriumscheiben mit einem flachen Pistill auf mehrfach zusammengelegtem Fließpapier flach zu drücken, so daß sie

in dem Tiegel mit einem Stempel möglichst fest zusammen und schüttet oben darauf etwa $\frac{1}{2}$ Zoll hoch geschmolzenes und in kleine Stücke zerstoßenes Kochsalz. Der Tiegel wird mit seinem Deckel oder besser mit einem runden feuerfesten Backstein bedeckt.

So vorgerichtet, giebt man nun ein rasches ziemlich kräftiges Feuer, wozu am besten ein kleiner Sefström'scher Ofen mit Gebläse angewendet wird. Es ist wesentlich, daß eine gute Rothglühhitze, doch nicht Weißglühhitze, angewendet werde, indem man sonst keine deutliche Schmelzung des reducirten Metalls erreicht; allein eben so sehr ist es zu empfehlen, dieselbe nach vollendeter Reduction nicht zu lange andauern zu lassen, indem sonst leicht ein Antheil des reducirten Metalles verbrennen oder der Tiegel durch die Einwirkung des entstandenen Fluornatriums Schaden leiden kann. Gewöhnlich hört man im Augenblicke, da die Reduction vor sich geht, ein Zischen oder Krachen im Tiegel. Von da hinweg setzt man die Feuerung nur etwa noch 5 bis 8 Minuten fort, rührt die geschmolzene Masse mit einem thönernen Pfeifenstiel um, wodurch sich das Aluminium zu einem einzigen Klumpen zusammenschmelzt, erstickt nun sogleich das Feuer durch Bedeckung und durch Schließen aller Oeffnungen des Ofens und läßt den Apparat erkalten.

Nach gänzlichem Erkalten wird der Tiegel in ein Gefäß mit Wasser gelegt, wodurch sich die graue Salzmasse aufweicht, und diese herausgenommen. Auf dem Boden des Tiegels findet man das reducirte Aluminium als eine runde, völlig metallische Kugel.

Die übrige Salzmasse enthält noch eine ziemliche Menge fein zertheiltes Metall, theils in kleineren Körnern, theils als ein grauliches, mehr oder weniger gröbliches Pulver, welches beim Zerdrücken in einem Achatmörser metallischen Glanz annimmt. Man sammelt dasselbe, reinigt es durch Schlämmen, wobei zuweilen noch ansehnliche geschmolzene

den Tiegel in seinem ganzen Durchmesser ausfüllen. Hiedurch werden sie zugleich von dem anhängenden Steinöl vollkommen gereinigt.

Kugeln zum Vorschein kommen. Bei diesem Schlämmen entwickelt sich gewöhnlich ein übelriechendes Wasserstoffgas. Es ist anzurathen, das Wasser sehr oft zu erneuern, weil die sich bildende alkalische Lösung auf das Aluminium oxydirend einwirkt.

Hat man bei dieser Operation die metallischen runden Körner herausgesucht, so ist es unnütz, das übrige amorphe Pulver weiter auf Aluminiumgewinnung zu behandeln. Wenigstens gelang es mir nie, es ordentlich zusammenzuschmelzen. Man begnüge sich mit denjenigen Metallkörnern, welche nicht kleiner als ein Stecknadelknopf sind und die man sehr leicht herausuchen kann.

Dagegen enthält dieser Rückstand oft einen nicht geringen Antheil von Silicium, ohne Zweifel aus der Masse des Tiegels herrührend. Es ist dasselbe Product, wie es schon Deville ¹⁾ beobachtete und Wöhler ²⁾ neuerdings beschrieben hat.

Zuweilen gelingt es, nach Ausziehen des fein zertheilten Aluminiums mit Salzsäure einzelne Siliciumkörner zu isoliren.

IX. *Ueber das geschichtete Licht im elektrischen Ei; von V. S. M. Van der Willigen.*

(Mitgetheilt vom Hrn. Verf. aus: *Verstagen en Mededeelingen d. K. Akad. van Wetenschappen, Deel IV.*)

Quet, Grove und Andere haben das schichtförmige Licht, welches mittelst der Ruhmkorff'schen Inductionsspirale im elektrischen Ei hervorgebracht werden kann, ausführlich beschrieben. Unter vielen anderen Dämpfen sind die von flüchtigen Oelen besonders geeignet, diese Erscheinung her-

1) *Annales de chimie et de physique* (3) XLIII. 31.

2) *Ann. d. Chemie u. Pharm.* XCVII. 266.