

C α - Herstellung im Betrieb.

Im Betrieb wurde bisher mit kontinuierlichem Acetonzufluss (4-facher Überschuss) dreimal Aluminiumhydroxyd-C α hergestellt.
 20 l Butal und 100 l gefiltertes Kondenswasser (Eisengehalt 0,15mg/l) Fällung 1. ohne Kühlung nach 20 Min. mit 260 - 300 l/h. Zulaufgeschwindigkeit während 45 Min. zentrifugiert. Dann wurde mit 250 l Aceton, die in 30 Min. zugelassen wurden, getrocknet. Hierauf wurde das Hydroxyd noch 30 Min. trockengeschleudert.
 Ergebnis: 2/3 der Schicht trockenes C α , das letzte Drittel teigig und wasserhaltig.

Nach dem Trocknen im Vacuum-Rollautoklaven zeigten sich Anteile, die in n 20 Salzsäure nicht löslich waren.

Bei der zweiten Herstellung mit ca. 400 l Aceton keine Verbesserung.

Die Fällung 3 wurde unter Kühlung durchgeführt, und mit 450 - 500 l Zulaufgeschwindigkeit nach 10 Min. das Gut in die Zentrifuge gegeben, während 30 Min. (kurze Berührungsdauer mit dem Fällungswasser). Dann wurde mit 500 l/h (d.i. Grenze der Zulaufgeschwindigkeit von Aceton zur Zentrifuge), 250 l Aceton zulaufen lassen. Beim Öffnen der Zentrifuge war das letzte Drittel noch immer wasserhaltig.

Trotz der Verbesserung bei der dritten Herstellung, nämlich Fällung unter Kühlwasserumlauf, kurze Berührungsdauer des frischgefällten Hydroxyds mit dem Fällungswasser und der angewandten höchsten Zulaufgeschwindigkeit des Acetons in 6-fachem Überschuss, ist das Verfahren der Herstellung mit kontinuierlichem Acetonzufluss bei einmaligem Durchsatz der 4-fachen Menge unbefriedigend.

Im Betrieb ist nun ein 500 l fassender Behälter aufgestellt worden, in dem unter Rühren das eingetragene Aluminiumhydroxyd der 4. C α -Herstellung mit der 4-fachen Menge Aceton aufgeschlämmt und dann wieder zentrifugiert wurde. Auch hiermit ergaben sich Anteile, die in n/20 HCl unlöslich waren. Durch mehrstündiges und kräftiges Rühren ist doch noch vielleicht eine restlose Aufschlammung in Aceton zu erreichen.

Inzwischen wurde in einem Kleinversuch in der Hallenzentrifuge eine Fällung 1:4 mit der 4-fachen Acetonmenge in kontinuierlichem Umlauf gewaschen, bei 42° im Luftstrom innerhalb 20 h vollkommen getrocknet (Strömungsgeschwindigkeit der Luft 80 l/h auf 100 g = 200 ccm zentrifugiertes Produkt. Glühverlust 55% C α . Das Dampfdestillat hatte eine Dichte d_{20}^{20} von 0,9991.)

2 kg Butal mit 8 l H $_2$ O bei intensiver Rührung gefällt, zentrifugiert (= 2,8 l Zentrifugenprodukt) gemessen, mit 11,2 l Aceton im Kreislauf solange gewaschen, bis keine teigigen Anteile mehr in der Schicht waren. (Prüfung auf C α .) Es zeigte sich, dass ein dreimaliger Durchsatz der Menge ausreicht.

In dem zentrifugierten Produkt nach der Acetontrocknung wurde ^{nach} Destillation mit Wasser die Summe Alkohol + Aceton durch Aussalzen des wässrigen Destillates mit K $_2$ CO $_3$ bestimmt, und hierin Aceton nach der Hydroxylaminmethode titriert. Bei Kenntnis des Glühverlustes ergibt sich so eine Vollanalyse.

2345

In Parallelversuchen wurde im Luftstrom b. 40° getrocknet und nach Durchleiten des gesättigten Luftstromes durch eine mit K_2CO_3 gefüllte SCHOTTsche Wachsflasche die vorher und nachher gewogen wurde, Aceton und Alkohol in einer ebenfalls gewogenen Falle gekühlt. (Bei 70° zeigte sich nach Abtreiben von Alkohol und Aceton, dass das Produkt offenbar durch Abbau des Trihydrates feucht wurde.)

Für unsere oben angegebene Fällung ergab sich folgendes:

| | % Aceton | % Alkohol | % Al_2O_3 | % H_2O | |
|---|----------|-----------|-------------|----------|-----------------------------------|
| a | 47,7 | 6,3 | 12,0 | 34 | Werte bei wiederholten Fällungen. |
| b | 54,0 | 11,6 | 12,0 | 22,4 | |
| c | 45,2 | 9,2 | 12,8 | 32,6 | |

a + b sind Bestimmung im Luftstrom.

c ist eine Bestimmung durch Destillation.