

2394

Über

die Herstellung von leichtem Aluminiumhydroxyd bzw. -oxyd
als Gummifüllstoff. (Reg).

Zusammenfassung und Auswertung der in Forschung I unter der Lei-
tung von Dr. Ing. H. Wiedmann in den Jahren 1940-1944 erledigten Ent-
wicklungsarbeiten. Die Zusammenschrift erfolgt durch

Dr. Ing. Fr. J o s t e n, Mitarb. in der F. I.

Dr. Jo/A

Chemische Werke Gbt. 1946

I n h a l t s v e r z e i c h n i s

	Seite
Untersuchungsmethoden zur Prüfung von Tonerdegel als Gummifüllstoff.....	1
Zusammenstellung der Wassergehalte der bekanntesten Aluminiumhydroxyd-Modifikationen.....	2
Abhängigkeit der Feinteiligkeit des Al_2O_3 -Gehaltes, des pH und anderer Eigenschaften vom Fällungsverhältnis.....	3
Versuche zur Darstellung von sehr leichtem Aluminiumhydroxyd durch weitere Behandlung des Fällungsproduktes, Nassvermahlung, Trockenvermahlung, Nasssiebung, Temperung..	4
Der spezielle Einfluss einer Nassvermahlung in der Kugelmühle.....	8
Vergleiche von Aluminiumhydroxyd auf Salzbasis mit solchen auf Alkoholatbasis.....	9
Fällung von Butal mit wässrigen Alkalien und Säuren.....	13
Einfluss auf das Schüttgewicht bei Fällungen 1:0,22 mit Diisopropyläther bzw. Schwebbenzin als Verdünnungsmittel.	14
Schüttgewichtsbeeinflussung durch Zusatz von Gelatine zum Fällungswasser.....	14
Weitere Einzeluntersuchungen zur Schüttgewichtsniedrigung im Laboratorium.....	15
Betriebliche Forschung und Herstellung von Tegproben im halbertechnischen Maßstab.....	17
Aluminiumhydroxydfällung mit Wasserdampf.....	17
Ergebnis der Windsichtungen bei verschiedenen Turenzahlen im "Holla"-Windsichter.....	19
Einfluss der Mahlzeit in einer Scheibemühle (Seifenanlage) auf Windsichtausbeute.....	20
Feinaufteilung durch Lagerung und Quellung der Fällung in wässrigem Butylalkohol.....	20
Urtsendungen an die Metallgesellschaft und Beurteilung dieser Teg-Proben durch das kolloidchemische Laboratorium (Dr. Miedel).....	21
4 Grosssendungen an die Metallgesellschaft und ihre gummithechnische Beurteilung.....	23
Weiterer Bericht über gummithechnische Prüfungen von Teg Rheinpreussen vom kolloidchemischen Laboratorium.	26
Patentanmeldungen zum Rheinpreussenverfahren der Herstellung von Gummifüllstoff auf Alkoholatbasis.....	27
Kalkulation der Aluminiumhydroxydherstellung aus Abfallaluminium.....	28

Verzeichnis der Tabellen.

	Seite
Tab. 1	Abhängigkeit der Feinteiligkeit der $Al(OH)_3$ vom Fällungsverhältnis..... 3
Tab. 2	Versuche zur Darstellung von sehr leichtem Aluminiumhydroxyd (LL) durch Nassvermahlung, Temperung usw..... 6
Tab. 3/3a	Der Einfluss der Temperatur auf das Schüttgewicht 6/7
Tab. 4	Der spezielle Einfluss einer Nassvermahlung in der Kugelmühle..... 8
Tab. 5	Weitere Versuche zur Herabsetzung des Schüttgewichts durch Zusätze zu den Fällungskomponenten 10
Tab. 6	Fällung von Butal mit wässrigen Alkalien und Säuren..... 13
Tab. 7	Einzelversuche zur Schüttgewichtserniedrigung im Laboratorium..... 16
Tab. 8	Windsichtversuche bei verschiedenen Turenzahlen (Halla-System)..... 18
Tab. 9	Einfluss der Mahlung in einer Scheibenmühle (Seifenanlage) auf Windsichtausbeute..... 20

Untersuchungsmethoden zur Prüfung von Tonerdegel als Gummifüllstoff.

Nachfolgende Güterrichtlinien für Tonerdehydrat, das als Gummifüllstoff Verwendung findet (Teg), wurden uns von der Metallgesellschaft angegeben.

Litergewicht:

Das Litergewicht wird bestimmt in einem Messzylinder von 1000 ccm Inhalt. Erwünscht ist ein Gewicht zwischen 100 und 200 g, ein Wert von 100 g sollte nicht unterschritten werden.

Gewichtsverlust:

Der Gewichtsverlust wird bestimmt durch Trocknen einer Tegprobe von 1-2 g in einem gut verschliessbaren Wägegias bei einer Temperatur von 75° , während 24 Stunden im Trockenschrank; ein Gewichtsverlust von mehr als 8 % soll nicht überschritten werden. Erwünscht ist, dass die zu untersuchende Probe vorher in einem Raum bei 65° relativer Luftfeuchtigkeit lagerte.

Siebrückstand:

Der Siebrückstand wird unter Verwendung eines Siebes Din 50 = $0,12 \text{ } \phi \text{ } 2500/\text{cm}^2$ und Din 150 = $0,042 \text{ } \phi \text{ } 15\ 900/\text{cm}^2$ bestimmt. Das Sieben wird zweckmässig im Nassverfahren vorgenommen. Es ist erwünscht, wenn auf Sieb Din 50 kein Rückstand und auch über dem feinen Sieb nur Spuren desselben verbleiben.

Mikroskopische Prüfung:

Hierbei kann vor allem die Teilchengrösse annähernd bestimmt werden. Die maximale Teilchengrösse soll 0,01 mm nicht überschreiten und die Hauptmenge der Teilchen unter 0,002 mm liegen; vorhandene Ballungen sollen leicht zerteilbar sein und kristalline Anteile praktisch fehlen.

Kupfer- und Manganhalte:

Die Summe dieser beiden Komponenten soll nicht über 1,5 % betragen.

SO₄-Gehalt:

Der SO₄-Gehalt soll im wasserlöslichen Anteil nicht über 2 % betragen.

Die oben gemacht en Angaben sind nur als ungefähre Anhaltspunkte zu betrachten. Massgebend für die Güte des Teg ist natur-

lich vor allem die gummithechnische Prüfung.

Ergänzend folgen die vom Staatlichen-Material-Prüfungsamt, Berlin-Dahlem, angegebenen Richtwerte, als Standardtypen geltende Fegearten weisen auf:

Litergewicht: 100 - 160 g
 Schüttvolumen: 100 g 600 - 980 cm³, mindestens 550 cm³
 Spezifisches Gewicht: um 8

Soweit die Anforderungen der Prüfstellen.

Zusammenstellung der Wassergehalte der bekanntesten Aluminiumhydroxyd-Modifikationen.

Modifikation	Wassergehalt	
	bezogen auf Al ₂ O ₃	Glühverlust
Co = 0 · Al ₂ O ₃ · 3H ₂ O entsprechend Al(OH) ₃	59	35% H ₂ O
Di-Aluminiumhydroxyd = Al ₂ O ₃ · 2H ₂ O	36	26% H ₂ O
Poly-Aluminiumhydroxyd = 2Al ₂ O ₃ · 3H ₂ O	27	21% H ₂ O
4Al ₂ O ₃ · 5H ₂ O	24	18% H ₂ O
Meta-Aluminiumhydroxyd = Al ₂ O ₃ · H ₂ O	18	15% H ₂ O

Eigene Laborversuche zur Herstellung eines besonders leichten und feinteiligen Aluminiumhydroxyds auf Alkoholatbasis.

In folgender Tabelle ist die Abhängigkeit und die Feinteiligkeit des Aluminiumhydroxyds vom Fällungsverhältnis Butal + Wasser systematisch festgehalten:

Tabelle 1.

Abhängigkeit der Feinteiligkeit der Al(OH)₃ vom Fällungsverhältnis.

Vers.	Verhältnis ButalH ₂ O.	Al ₂ O ₃ der abges. Paste	Schlammanalyse 30 g Al ₂ O ₃ im Andreasen Pipettierapparat in Prozenten		pH	Sedimentation einer 5%-igen Paste im 5 cm Meßzylinder
			>20 µm ml	5-10 ml		
1	200	44	4,4	14,8	6,95	50ccm 40ccm 5cc
2	200	44	3,1	14,8	6,95	94 klar 8,17
3	200	60	3,0	9,0	7,04	" " 8,04
4	200	80	16,6	13,5	6,94	17 klar 7,84
5	200	100	45,7	17,7	7,07	3
6	200	120	34,1	13,7	7,54	37
7	200	140	36,7	4,4	7,54	5
8	200	180	37,6	18,5	8,73	8
9	200	200	31,0	13,8	8,44	7
10	200	220	16,1	8,4	7,54	63
11	200	240	11,5	22,2	7,61	80
12	200	300	13,9	13,5	7,61	16
13	200	400	22,1	17,2	8,83	5
14	200	500	10,6	19,2	8,33	63 klar 7,47
			8,2	8,9	6,94	
R E P R O D U K T I O N .						
1A	200	44	26,0	11,8	33,0	
2A	200	60				
3A	200	80				
4A	200	100				
5A	200	190				
6A	200	140				
7A	200	160				
8A	200	180				
9A	200	200				
10A	200	220				
11A	200	240				
12A	200	300				

14A 200

15A 200 800

9,23

6,72

Ergebnis: Bei einer Fällung Butal zu Wasser wie 1 zu 0,5 (Vers. 2) sind beispielsweise 56 % grüßer als 20 µm und nur 18,5 % kleiner als 5µm, während bei einem Fällungsverhältnis 1 zu 1,5 (Vers. 12) 22 % grüßer als 20 µm sind und 35 % kleiner als 5 µm. Ganz allgemein nimmt nach diesem Reihenversuch die Feinteiligkeit zu, je grüßer die zersetzende Menge Wasser ist. Eine Ausnahme ist das amgezeichnete Verhältnis 1:0,22.

Da bei den Messungen das gleiche Butal verwendet wurde, ist der Anstieg pH von rund 7 auf 8,3 zungchst merkwürdig. Die Sedimentation einer 5 %-igen Paste, gemessen durch die Zeit in Sekunden, in der das Hydroxyd-Vol. von 50 auf 40 ccm Abfiel, ist nach diesen Messungen vom Fällungsverhältnis in keiner Weise abhängig, wie überhaupt die streuenden Werte der Reproduktion hinsichtlich der Schlämmanalysen (1 und 1A, 12 und 12A) noch nicht beherrschte, Eigenartigkeiten und Besonderheiten jeder einzelnen Fällung erkennen lassen.

Die Hersteilung eines Tegg ist nach dieser Tabelle in Weiterentwicklung des Versuchs 741/1 zu suchen. Diese Fällung, bei der ein Gewichtsteil Butal mit 0,22 Gewichtsteilen Wasser zersetzt wird, führt zu einem Hydroxyd, das zu 51 % aus Anteilen kleiner als 5 µm besteht. Ferner liegt der Sedimentationstest mit 94 Sek. ebenfalls optimal. Es zeigte sich, dass dieses Fällungsverhältnis zu einem Schüttegweight von 0,20-0,25 führend, ebenfalls bei keinem anderen Fällungsverhältnis mehr erreicht werden konnte.

Versuche zur Darstellung von sehr leichtem Aluminiumhydroxyd durch weitere Behandlung des Fällungsproduktes, Nassvermahlung, Trockenvermahlung, Nasssiebung, Temperung usw.

In folgender Tabelle sind die Ergebnisse hinsichtlich einer weiteren Herabsetzung des Schüttgewichts durch Nachbehandlung des gefällten Hydroxyds angegeben. Das Produkt wurde einmal unshan- delt untersucht, und zwar durch Siebanalyse, Schüttgewicht- und Schlammanalyse, eine andere Probe der gleichen Herstellung wurde nach einer Nass- oder Trockenbehandlung wie angegeben geprüft. Bei der Zerkleinerung in der Laborkugelmühle handelte es sich um ein Porzellengerät mit 2 Ltr. Fassungsvermögen. Das Produkt wurde immer in nassem, frisch gefälltem Zustand gemahlen.

Tabelle 2.

Versuche zur Darstellung von sehr leichtem Aluminiumhydroxyd (II) durch Nassvermahlung, Nasssiebung, Temperung usw. (1:0,22 Fällung mit Butal der 21. Alkoholatherstellung mit 0,044 % MgO bezogen auf Al_2O_3 .)

Ausgangsprodukt I.

	a) unbehand.		b) nass sieb- analysiert		c) in der Kugel- mühle 10 Std. gemahlen	
					1) n. Trockn. 2) Nassb. u. Trock.	
Schüttgewicht	0,29	-	-	-	0,22	0,195
Siebanalyse	-	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
		60 %	40 %	100%	100%	100%
Schüttgewicht n. Sieb. Schlämmanal. in % (ge- trocknet)	0,29	0,228	0,342	0,146	0,118	
20-60 mμ	95,5	45,5	67,5	0,7	-	
15-20 mμ	1,3	10,0	9,9	3,1	-	
10-15 mμ	2,6	14,2	5,4	3,5	9,9	
5-10 mμ	0,6	12,1	7,2	29,3	22,2	
5 mμ	0,6	18,8	9,0	63,7	68,1	
		d) 48 St. Nassmahl in Kugelmühle.		e) Produkt dl) 1 St. bei 600 getempert		
		1) n. Trock- nung	2) Nassb. u. Tro.	1) schnell hochge- tempert	2) langsam hochge- tempert	
Schüttgewicht	0,221	0,17	-	-	-	
Siebanalyse	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	
	100%	100%	100%	100%	100%	
Schüttgewicht n. Sieb. Schlämmanal. in % (getrocknet)	0,134	0,105	0,112	0,103		
20-60 mμ	1,3	-	-	0,9		
15-20 mμ	0,4	-	-	0,4		
10-15 mμ	4,3	-	-	3,0		
5-10 mμ	16,6	10,6	16,8	13,6		
5 mμ	73,4	89,4	79,2	82,0		

Die Tabelle 3 lässt folgende Auswertung zu:

Der Einfluss der nassen Siebung und Mahlung durch ein 0,06 mm Sieb ist aus dem Kurvenbild und der Tabelle 2 recht anschaulich ersichtlich. Die 48-stündige Mahlung in der Kleinen Labor-kugelmühle beeinflusst nach Schüttgewicht und Schlamm-analyse eine 1:0,22 Fällung nicht wesentlicher als eine 10-stündige Mahlung.

Es ist wichtig festzustellen, dass beispielsweise nach 10-stündiger Mahlung das anschliessend im Trockenschrank bei 100° getrocknete Produkt ohne Siebung 0,22, nach Trocknung und Siebung (100 %iger Durchgang) ein Schüttgewicht von 0,146 aufweist. Den gleichen Effekt zeigt das 48-stündig gemahlene Produkt, getrocknet ohne Siebung 0,221, nach Siebung (trocken) durch 0,06 mm Sieb 0,134.

Wenn man das Produkt nach der Mahlung, aber vor der Trocknung durch ein 0,06 mm Sieb nass durchsiebt, wobei 100 % durchgehen, so werden die Zahlen noch günstiger (Siebeffekt). Allein diese zwischengeschaltete Nasssiebung senkt das Schüttgewicht von 0,22 auf 0,195. Die dann anschliessend durchgeführte Trockensiebung setzt das Schüttgewicht um den gleichen Betrag von ca. 2,5 bis 3 Einheiten weiter herab, statt 0,146 wird 0,118 gefunden. Dieser Effekt der Nasssiebung verrät sich ganz besonders in der Schlamm-analyse (siehe Spalte c 2 und d 2 der Tabelle). Der Einfluss einer Temperatur ist bei 600° aus den Zahlen der Spalte e ersichtlich. Demnach führt eine langsame Hochtemperatur auf 600° und 1-stündiges Verweilen bei dieser Temperatur zu etwas günstigeren Werten (0,103) als die direkte Temperatur 0,113). Im Hinblick auf die Zeiter-sparnis bei der direkten Temperatur ist diese Verbesserung jedoch nicht entscheidend.

In einem Sonderversuch (Versuch 688) wurde die günstigste Temperatur hinsichtlich der Herstellung von besonders leichtem Aluminiumhydroxyd ermittelt. Fällung 1:0,22. Sämtliche Temperaturen wurden eine Stunde im Degussa-Trockenschrank gehalten. Getempert wurde nur Material kleiner als 0,06 mm.

Tabelle 3.

°	Schüttgewicht
100°	0,142
200°	0,125
300°	0,138
400°	0,122
500°	0,117
700°	0,127
800°	0,130
900°	0,132
1000°	0,165

Ergebnis: Hinsichtlich des Schüttgewichts liegt die günstigste Trocknungstemperatur demnach zwischen 500 - 700°.

Die Wiederholung dieses Versuches ergab, dass bei 700-800° die günstigste Temperatur liegt.

Ausgangsschüttgewicht bei 110° = 0,144 < 0,06 mm nach je einstündiger Trocknung.

T a b e l l e 3a.

°	Schüttgewicht
300°	0,150
400°	0,161
500°	0,134
600°	0,128
700°	0,106
800°	0,103
900°	0,125

Demnach ist eine Temperatur bei 650°-700° 1 Stunde optimal.

Tabelle 4.

Der spezielle Einfluss einer Nassvermahlung in der Kugelmühle.
(Versuch 701).

Füllung 1:0,22.

Produkt	Schüttgewicht	Schlämmanalyse				
		60-20 mtl	15-20 mtl	10-15 mtl	10-5 mtl	5 mtl
Ausgangsprodukt bei 110° getrocknet	0,29	95,5%	1,3%	2,6%	0,6%	-
5 Stdn. nass in Kugelmühle gemahlen u. nass siebanalysiert:						
0,09 mm=48 %	0,187	16,9%	19%	11,2%	17,4%	35,5
0,09 mm=52 %	0,251	32,6%	29,7%	5,0%	8,7%	24,0
10 Stdn. nass in Kugelmühle gemahlen:0,22 u. nach Trocknung siebanalysiert						
0,06 mm 100 %	0,146	0,7%	3,1%	3,3%	29,3%	63,7
24 Stdn. nass in Kugelmühle gemahlen:0,23 nach Trocknung siebanalysiert						
0,06 mm 100 %	0,13	0,2%	1,7%	4,8%	9,5%	83,8
48 Stdn. in Kugelmühle gemahlen 0,221 nach Trocknung siebanalysiert						
0,06 mm 100 %	0,134 (0,101)	1,3%	0,4%	4,3%	15,6	77,4

Ergebnis: Mahlung über 10 Stdn. hinsichtlich der nur geringen Schüttgewichtsverbesserung ist unwirtschaftlich. Gemäss Erfahrungen der Krupp Gruson Werke, Magdeburg, die unser Produkt ebenfalls in ihren Kugelmühlen behandelten, soll die Mahlwirkung einer Kugelmühle kurvenförmig in einer gleichseitigen Hyperbelfunktion fortschreiten. Die Werte der 48 Stdn.-Mahlung fallen innerhalb der Fehlergrenzen mit denen der 24 Stdn.-Mahlung zusammen.

Vergleiche von Aluminiumhydroxyd auf Salzbasis mit solchen auf Alkoholatbasis.

800 g Aluminiumsulfat $\times 18 \text{ H}_2\text{O}$ werden mit 4 Liter Wasser unter intensiver Rührung mit Ammoniak bis zur schwach alkalischen Reaktion (Geruchsprüfung) gefällt. In grossem 10 Liter-Stutzen wird 5 mal dekantiert und dann zentrifugiert.

Tabelle 5

Ausgangsprodukt II auf Salzbasis		I auf Alkoholatbasis			
a) unbehandelt	a) 15 Std trocknen gemahlen 0,397	b) Laborkugelmühle 10 Std. nass gemahlen 1) Produkt nach Trocknung Körnig 2) nass geriebt u. getrocknet	c) Produkt II b2 15 Std. bei 600° getempert 0,13	d) Ausgangsprodukt nach 110° Trocknung mit Butanol angefeuchtet u. 15 Std. in der Kugelmühle nass gemahlen Nach Trocknung war das Produkt bröckelig u. zeigte ein Schüttgewicht $< 0,06 = 0,17$	e) eigene Fällung 1: 0,22 (0,268) $< 0,06 = 85\% - 0,452$ $> 0,06 = 15\% = 0,360$ 15 Std. in der Kugelmühle trocken gemahlen
Stoßanalyse stark bröckelig Schüttgewicht nicht vergleichbar	90% $< 0,06$	400% $< 0,06$	400% $< 0,06$	$< 0,06 = 93\% - 0,295$ $> 0,06 = 7\% - 0,295$	
Schüttgewicht $< 0,06$ 0,295	$< 0,06$ 0,427	0,182	$< 0,06$ 0,12	$< 0,06$ 0,295	
Schlammanalyse 20 = 50 g 4,6 15 = 20 g 16,2 10 = 15 g 16,2 5 = 20 g 16,0 SA	95,5 4,5	139 29,6 50,5 6,0			

Die Produkte waren nach der Trocknung sehr hart und konnten erst im Mörser nach starkem Stossen und Reiben für die Siebung vorbereitet werden. Dies ist ein wesentlicher Nachteil der auf Salzbasis hergestell-

Eine vergleichende Betrachtung der in Tabelle 5: Aluminiumhydroxyd II auf Salzbasis, und Aluminiumhydroxyd I auf Alkoholatbasis mitgeteilten Daten über Nass- bzw. Trockenvermahlung zeigt folgende Unterschiede:

Das Hydroxyd nach II zeigt überraschenderweise ein recht günstiges Schüttgewicht von 0,20. Die Schlämmanalyse, der in Ermanglung eines Wertes für die Dichte keine absolute Richtigkeit zukommt, liegt sogar noch wesentlich günstiger als beim Produkt nach I und zwar ist das Produkt ziemlich gleichmäßig zwischen 10-20 μ .

Eine einstündige Trockenmahlung von II ergibt, gesiebt mit 90 % Durchgang, 0,06 Schüttgewicht 0,187, also praktisch keine Veränderung gegenüber unbehandeltem Material (0,195). Nach der Schlämmanalyse ist die gleichmässige Teilchengrösse in dem Bereich von 10-15 μ (95,5%) wider charakteristisch.

Die 10-stündige Nassmahlung in der kleinen Labormühle zeigt ebenfalls keine Schüttgewichtsveränderung gegenüber dem unbehandelten Produkt (0,195 unbehandelt, 0,19, 0,182 gemahlen). Der Siebeffekt (Nasssiebung nach Mahlung, jedoch vor Trocknung) tritt bei dem nach II dargestellten Produkt ebenfalls nicht in Erscheinung (0,19 u. 0,182). Die Schlämmanalysen nach 10-stündiger Mahlung bei Produkt II liefern praktisch wieder Gut von 10-20 μ .

Die Senkung des Schüttgewichts durch Temperung bei 600° ist auch bei II in erwarteter Weise eingetreten.

Eine Aufschlammung eines bei 110° getrockneten Produktes nach II in Butylalkohol (IIId), einstündiger Mahlung und anschließender Trocknung wiederum bei 110°, ist ohne merklichen Einfluss auf das Schüttgewicht $0,06 = 0,17$ gegenüber Ausgangsprodukt 0,195.

Unterschiedlich ist das Verhalten eines Produktes nach I Alkoholatbasis in der Kugelmühle bei der Trockenmahlung (s.Ie) gegenüber Produkt nach II (s.IIa). Durch Trockenmahlung von I steigt, im Gegensatz zu Produkt II, das Schüttgewicht nach einstündiger Mahlung ganz erheblich von $0,152 < 0,06$ auf $0,295 < 0,06$.

Zusammenfassung.

Ein auf Salzbasis hergestelltes Aluminiumhydroxyd lässt sich weder durch Nass- noch durch Trockenmahlung im Schüttgewicht beeinflussen. Der sogenannte Siebeffekt (Nasssiebung nach Nassmahlung, ist bei dem auf Salzbasis dargestellten Hydroxyd nicht festzustellen. Die Senkung des Schüttgewichts durch eine Temperung ist bei beiden Präparaten feststellbar.

Eine Trockenmahlung eines auf Alkoholatbasis hergestellten Hydroxyds führt zu besonders stark ausgeprägtem Anstieg des Schüttgewichts um 100 v.H. und mehr. Dagegen kann man bei Präparaten auf Salzbasis von einem positiven Trockenmahleffekt sprechen. Die Mahlung ist bei den Füllstoffen auf Salzbasis in jedem Falle notwendig, um das Schüttgewicht sowie die Kornverteilung auf die geforderten Werte von $S = < 0,20$ und die grösste Anteiligkeit von Teilchen $< 5 \mu$ zu bringen.

Die einstündige Mahlung von Produkt II hat nach Tabelle 5. das Schüttgewicht von $S = 0,377$ unbehandelt auf $0,187$ ($0,06(90 \%)$) gesenkt. Dieses unterschiedliche Verhalten lässt auf wesentliche strukturelle Unterschiede der nach den verschiedenen Verfahren hergestellten Produkte schliessen. Unser Material 1:0,22 Fällung lässt sich durch Nassvermahlung hinsichtlich Schüttgewicht und Kornverteilung verbessern.

Diese günstigen Auswirkungen einer nassen Vermahlung sowie die Nasssiebung sind Gegenstand einer weiteren Zusatzanmeldung zur "Herstellung von Aluminiumhydroxyd sehr niedrigen Schüttgewichts II".

Fällung von Eutal mit wässrigen Alkalien und Säuren.

Tabelle 6.

Fällungsverhältnis 1,0,22 bei 110° getrocknet.

	% < 0,06 mm	Schüttgewicht < 0,06 mm	% > 0,06 mm
12,5 % NH ₄ OH	30	0,183	70
6,25 % "	28	0,177	72
3,15 % "	35	0,166	65
1,6 % "	30	0,18	70
0 % "	25	0,16	75
12,5 % HCl	30	0,22	70
6,25 % "	30	0,19	70
3,12 % "	15	0,195	85
1,6 % "	22	0,18	78

Ergebnis: Eine Verbesserung des Schüttgewichts ist durch Anwendung von Alkalien oder Säuren demnach nicht zu erzielen.

Einfluss auf das Schüttgewicht bei Fällungen 1:0,22 mit Diisopropyläther bzw. Schwebbenzin als Verdünnungsmittel des Butals.

200 g Butal in 200 cm³ Diisopropyläther gelöst, mit 44 g Eis gefüllt ergeben nach Trocknung bei 110° ein Schüttgewicht < 0,06 mm von 0,146. Dasselbe Produkt bei 500° eine Stunde getempert = 0,141.

Gleiche Fällung mit Schwebbenzin bei 110° = 0,125 nach 500° Temperung = 0,109. Ergebnis: Keine beachtliche Schüttgewichtserniedrigung gegenüber unverdünntem Butal.

Schüttgewichtsbeflussung durch Zusatz von Gelatine zum Fällungswasser.

Eine Fällung 1:0,22 mit Eiswasser ohne Zusatz von Gelatine < 0,06 mm = 0,243.

A. Mit Zusatz von 6 Gew.% Gelatine zum Wasser nach 110° Trocknung < 0,06 mm = 0,122.

B. Mit 12 Gew.% Gelatine nach 110° Trocknung < 0,06 mm = 0,124.

Fällung A bei -20° ein Tag ausgefroren, 0,95. Fällung B bringt keine wesentlichen Verbesserungen. Durch Ausfrieren wird das Schüttgewicht nur noch erheblich erhöht.

Weitere Einzeluntersuchungen zur Schüttgewichtserniedrigung im Laboratorium.

200 g Butal Schnell zusammengeben, mit Glasstab verrührt
 + 44 g Wasserreis bis eine starke Aufquellung entstand.
 = 1:0,22 Das Produkt wurde dann in 2 Teile geteilt.
 Nach 5 Min. wurde
 Teil A 10 Min. weiter-gerührt.
 Teil B 2 Stdn. weitergerührt.

Beide Produkte wurden bei 110°C 15 Stdn. im Trockenschrank getrocknet.

Schüttgewicht	A gesiebt < 0,066 mm	= 0,10 l
	B " < 0,066 mm	= 0,151 l
Glühverlust	A	= 31,9 % H ₂ O
	B	= 31,8 % "
Trockenverlust (75°C 24 Std.)	A	= 9,6 %
	B	= 7,4 %

Demnach ist nach der Verfestigung der Masse (etwa 1-2 min. nach dem Zusammengeben) eine weitere Rührung bis zur Verflüssigung ungünstig.

Fällung 1. 200 g Butal und 41 g zerkleinertes Eis werden im Mörser unter Reiben zersetzt, wobei die Temperatur auf maximal 58°C anstieg. Verhältnis von Butal zu Wasser wie 1:0,21 entsprechend der theoretischen Verbindung von Al(OH)₃ mit 35 % Glühverlust.

Fällung 2. 200 g Butal und 50 g Eis werden unter Rühren vermischt, wobei die Temperatur auf maximal 80°C anstieg. Dieses Präparat wurde unmittelbar nach der Fällung zur besonders vorsichtigen Entfernung des oberflächlich gebundenen Wassers mit Aceton gewaschen.

Fällungsverhältnis Butal : Wasser 1 : 0,25.

Fällung 3. 200 g Butal und 42 g Eis werden unter Rühren gemischt, wobei die interessante und wichtige Beobachtung gemacht wurde, dass bei intensivem Rühren das Butal gewissermaßen "übertroffen" werden kann. D.h. während beim Zersetzen von Butal mit Wasser von 20°C unmittelbar die Reaktion eintritt, kann hier die Zersetzung offenbar infolge der Schmelzwärme des Wasser mit 80 kcal/kg bis zur weitgehend gleichmäßigen Verteilung der Eisstückchen hinterhalten werden. Immerhin ist die Wärmebilanz zugunsten des Butals (Zersetzungswärme des Butals ca. 117 kcal/kg) laut Ansatz 23,4 - 3,36 = 20 kcal.

So ist ein Temperaturanstieg auf 58° auch bei dieser Fällung verständlich. In einem Emalliergefäß wurden unter Rühren mit Holzstangen (also sehr primitiv in Ermangelung eines Rührwerks) 50 kg Butal mit 11,5 kg Eis zersetzt, wobei erst nach 90 sek. die sonst spontan einsetzende Reaktion erfolgte. Die im Labor bei 150° (versehentlich zu hoch) getrockneten Produkte hatten bei 5 Ansätzen ein Schüttgewicht von:

- | | | |
|---------|---|------------------------|
| a) 12,9 | } | <0,06 trocken gesiebt. |
| b) 12,9 | | |
| 11,9 | | |
| c) 12,3 | | |

Fällung 4. 200 g Butal und 42 g warmes Wasser (60°) unter Rühren zersetzt. (1:0,21)

Fällung 5. 200 g Butal und 50 g heisses Wasser unter Rühren zersetzt. (1:0,25)

Bei Fällung 4 und 5 stieg die Temperatur auf 93°.

Fällung 6. 150 g Butal und 31 g zerstossenes Eis unter Rühren 65° maximale Temperatur.

Fällung 6a. 150 g Butal mit 31 g Eis im eisgekühlten Mörser zersetzt. Maximale Temperatur 40°.

Tabelle 7.

Schüttgewichte.

Fällung	ungesiebt n. 110° Trockn.	<0,06	Gluhverl.	Nach 2 Tagen in Schliff- flaschen auf- bewahrt.	Bis 400° langsam ge- tempert
1	27,5	11,5	23,0	13,7	
2	38,5	35,5	-	-	unwesentl. verändert
3	20,2	14,0	25,0	14,8	
4	21,5	12,4	26,3	14,4	
5	21,0	13,2	24,8	14,4	
6	-	12,0	26,7	16,5	14,2
6a	-	13,5	24,9	13,5	14,1

Der Siebrückstand <0,06 betrug ca. 5% bei allen Ansätzen.

Die Zunahme der Schüttgewichte nach 2-tägigem Aufbewahren um ca. 2-3 Einheiten durch Aufnahme von Luftfeuchtigkeit ist beachtlich.

Daraus folgert die wichtige Erkenntnis, dass Tagproben nur luftdicht verschlossen aufbewahrt werden müssen.

Betriebliche Forschung und Herstellung von Teg-Proben im halb-
technischen Massstab.

Aluminiumhydroxyd-Fällung mit Wasserdampf.

Die Fällung mit Wasserdampf wurde von der Überlegung geleitet, dass in einer feuchten Atmosphäre die fein verdunsteten Butalanteile (aus Schlickschen Zerstäuberdüsen) als Kondensationskerne für den kondensierten Dampf wirksam sein würde. Es zeigte sich aber, dass sowohl bei einem Butal : Wasserdampf Gew.-Verhältnis von 1 : 0,27 wie auch 1 : 0,54 die Zersetzung unvollständig war. Die Ursache ist in der geringen Fallhöhe des Reaktionsbehälters zu suchen, der für erfolgreiche Versuche in dieser Richtung mindestens 10-mal so hoch wie der jetzige (1,8 m) sein müsste. Bei intensiver Luftkühlung wurde anfänglich einer Fällung ein Schüttgewicht von 0,26, im Labor nachgetrocknet bei 110°C 0,21, erreicht. Sobald eine Kondensation des Reaktionsbehälters durch die Zersetzung des Butals nicht mehr eintrat, zeigten sich mehr und mehr unzersetzte Anteile. Es ist eine Mindesthöhe des Reaktionsbehälters zu fordern, die dem Dampf gestattet, bei Unterschreitung des Taupunktes in Nebelform auszufallen. In diese Nebel müsste vom Kopf eines entsprechend hohen Behälters das fein verteilte Butal fallen und würde dann auch die zur Reaktion erforderliche Zeit in der längeren Fallstrecke finden.

Gerade diese unzureichende Fallhöhe macht sich bei dem derzeitigen Reaktionsbehälter in unzersetzten Anteilen bemerkbar, welche Schwierigkeit mit fortschreitender Fällungseigenschaft nur mehr wächst. Z.B. war bei der 8. Aluminiumhydroxydherstellung bei der in 1 1/2 h. 260 l Butal verdunstet wurden, der Behälter bis auf eine Entfernung von 10 cm von der Düse gefüllt.

Ergebnis. Die derzeitige Apparatur gestattet keine rationelle Herstellung von Teg durch Zersetzung des Butals mit Wasserdampf in der Gasphase. Das an sich verlockende Prinzip müsste in genügend hohen Türmen, die aber z.Zt. nicht erhältlich sind, weiter ausprobiert werden.

Windsichtversuche bei verschiedenen Turenzahlen (Holla-System)

+ ohne Holzverkleidung.

T a b e l l e 5.

Türen Stell. /min des Rheost.	Ausg. schütt- gewicht	Eins. kg	Ausg. Fein- gut/kg	Schütt- gewicht Feingut	Durch- satz	Schütt- gewicht Rück- stand.	Ausbeute %
800	I	0,28	5100	0,200	0,16	1x	23
800	I	+0,23	+4900	+0,200	+0,15	+1x	
Gesamt Ausb. bei 9x Durchs. ohne Holzverkl.							
800	I		4900	1,500	0,1550	9x	0,33 26,6 %
Kanne Nr. 2							
500	II	0,23	5200	0,350	0,130	1x	0,25
500	II	+0,23	+4850	+0,400	+0,130	+1x	
Gesamt Ausb. bei 9x Durchs. ohne Holzverkl.							
500	II		4850	1,200	0,1450	9x	0,31 24,8 %
Kanne Nr. 3							
2000	III	0,26	5250	0,300	0,13	1x	0,20
		+0,20	+4900	+0,200	+0,14	+1x	
Gesamt Ausb. bei 9x Durchs. ohne Holzverkl.							
2000	III		4900	1,550	0,1650	9x	0,32 26,8 %
Kanne Nr. 4							
2500	IV	0,23	5100	0,300	0,14	1x	0,26
		+0,26	+4800	+0,400	+0,14	+1x	+ 83 %
Gesamt Ausb. bei 9x Durchs. ohne Holzverkl.							
2500	IV		4800	1,500	0,1660	9x	0,32 31,2 %
Kanne Nr. 5							
3000	V	+0,23	+5200	+0,800	+0,12	+1x	+0,40 15,7 %
Gesamt Ausb. bei 10 x Durchs. ohne Holzverkl.							
3000	V		5100	3,500	0,160	10x	0,32 68,6 %

Die Durchsätze sind einschliesslich der +Zahlen, ohne Holzverkleidung im Windsichter gefahren. ("Holla")

Ergebnis der Windsichtungen bei verschiedenen Turenzahlen im "Holla"-Windsichter.

Tabelle 9 lässt folgendes erkennen:

Bis zur Stellung 4 des Rheostaten (bis ca. 2500 U/min) kann ein Einfluss der Holzverkleidung und der Turenzahl nicht festgestellt werden. Die Zahlen beziehen sich hierbei auf Versuche ohne Holzverkleidung. Zum Einsatz gelangte eine unbehandelte Fällung 1:0,22 der 21. Alkoholatherstellung. Durchschnittliche Ausbeute bei 9maligem Durchsatz 25,4 mit einem Schüttgewicht von 0,145 - 0,165, bei Stellung 5 entsprechend der vollen Turenzahl = 3000 des jetzigen Gleichstrommotors werden bei einmaligem Durchsatz 157 % mit dem Schüttgewicht 0,12 gewonnen, statt 8,5 % mit einem Schüttgewicht 0,14 bei der nur etwas geringen Turenzahl von 2500 bei Stellung 4. Gerade beim Übergang von Stellung 4 nach 5 (2500 > 3000 U/min.) ist der Sprung hinsichtlich Ausbeute besonders gross. Es wäre interessant, einmal zu prüfen, wie das Ergebnis bei 4000 U/min. sein würde. Es ist anzunehmen, dass beispielsweise bei 3500 U/min. die Ausbeute noch wesentlich gesteigert werden kann. Immerhin können wir bei 10maligem Durchsatz 68,6 % an brauchbarem Gut mit einem Schüttgewicht von durchschnittlich 0,165 bei der z.Zt. höchsten Turenzahl gewinnen. Schon hier soll aber vorweg genommen sein, dass die Güte des windsichteten Produktes unter der einer siebmässig aufgearbeiteten Fällung liegt.

Tabelle 9.

Einfluss der Mahlung in einer Scheibenmühle (Seifenanlage) auf Windsichtausbeute.

	unbearbeitet	1x nass gemahlen	2x nass gemahlen
<u>Untersuchung im Betrieb.</u>			
Ausbeute (Holla-Windsicht an Tag	54,7	61,6	54,7% bei 17x Durchsatz d. Windsichter
Durchsatz	16x	16x	60,5% bei 21x Durchsatz
Schüttgewicht < 0,06	0,16	0,144	0,146 b. 17x Durchsatz 0,175 b. 21x Durchsatz
<u>Untersuchungen im Labor.</u>			
Ausgangsschüttgewicht	0,25	0,23	0,26
Siebanalyse % < 0,06	30,0 %	35,0 %	39,5 %
Schüttgew. % < 0,06	0,155	0,14	0,15
% > 0,06	0,305	0,344	0,357
<u>Schlammanalyse</u>			
60-20 mt	94,0 %	61,6 %	
15-20 mt	13,0 %	18,6 %	
10-15 mt			
5-10 mt	3,0 %	10,2 %	
0-5 mt		9,3 %	

Ergebnis: Die Scheibenmühle (Seifenanlage) bringt keine nennenswerten Verbesserungen, 2 maliger Durchsatz zeigt gegenüber dem 1maligen Durchsatz bei der nassen Vermahlung in der Scheibenmühle ebenfalls keine Verbesserungen. Die Windsichtungen wurden mit voller Tourenzahl = 3000 U/min. durchgeführt.

Ein in der Anlage 20 Tag lang unter Alkohol gelagertes Produkt ergab folgende Analyse.

Siebanalyse > 0,06 = 35 % = Schüttgewicht 0,355
 " < 0,06 = 65 % = " 0,156
 Ausgangsschüttgewicht 0,238

Schlammanalyse:
 60-20 mt = 80,3 %
 20-15 mt = 3,4 %
 15-10 mt = 4,3 %
 10-5 mt = 4,7 %
 5 -- mt = 4,5 %

Die Lagerung über 7 Wochen zeigt keine besonderen Verbesserungen hinsichtlich Schüttgewicht und Schlammanalyse. Die Erwar-

tete Feinaufteilung durch Quellung ist nicht eingetreten. (s. Versuch 718)..

Aluminiumhydroxyproben an die Metallgesellschaft.

Bisher sind an die Metallgesellschaft 4 Grossendungen abgegangen unter den Bezeichnungen

Probe 8	a - f	(R 8)	gesiebt!
" 9	a - f	(R 9)	} gewindsichtet!
" 10	a - f	(R 10)	
" 11	a - f	(R 11)	

und es wurde folgendes bei uns festgestellt.

	Probe 8	Probe 9	Probe 10	Probe 11
Schüttgewicht	0,155	0,177	0,174	0,171
Siebanalyse >0,06	4 %	4,5 %	1 %	1,5 %
Al ₂ O ₃ -Gehalt	70,3 %	68,7 %	70 %	68,8 %
Schlümmanalyse				
20-60 µ	13,3 %	32 %	16,5 %	2 %
15-20 µ	14,9 %	5 %	3,5 %	9 %
10-15 µ	18,5 %	15,5 %	24 %	17,8 %
5-10 µ	22 %	19,5 %	22 %	24,5 %
< 5	31,3 %	28 %	34 %	45,8 %

Für die Schlümmanalyse wurde eine Dichte von 2,6 angenommen. Nach einer früheren Messung eines Produktes einer 1:0,22 Fällung mit 75 % Al₂O₃ wurde die wahre Dichte in Wasser nach 15 Minuten mit 2,58 bestimmt. Aus den ziemlich gleichen Werten für den Aluminiumoxyd Gehalt unserer bisherigen Grossendungen im Bereich von 68-70 % Al₂O₃ ist die Annahme einer Dichte von 2,6 berechtigt. Dagegen findet das Materialprüfungsamt in Berlin bei unserer Vergleichprobe R 8 2,04. Eine Vergleichsmöglichkeit der Produkte untereinander hinsichtlich einer Korngrösse ist auf jedenfall durch die Schlümmanalyse möglich. Die 3 Proben R 8, R 9 und R 10 unterscheiden sich nach Untersuchung des kolloidchemischen Laboratoriums in Frankfurt etwas in dem Sinne, dass R 9 und R 10 eine um wenig geringere Aktivität aufweist als R 8. R 8 hatte das niedrigste Schüttgewicht (etwas geringere Festigkeit und höhere Elastizität). In unserer grafischen Darstellung der Korncharakteristik ist ein Unterschied jedoch nicht festzustellen. Dagegen hat die letzte Probe 11 a - f die beste Korncharakteristik. Durch Kriegsereignisse konnte die Probe 11 nicht mehr gummithechnisch ausgewertet werden.

Beurteilung unserer Teg-Proben durch das kolloidchemische Laboratorium (Dr. Miedel) der Metallgesellschaft.

Eine Tonerde Rheinpreussen erste Probe mit 0,54 Schüttgewicht erreicht in keiner Weise das Niveau von guten Handelsprodukten, dagegen wurde V 123 Aluminiumhydroxyd Rheinpreussen als recht günstiges Produkt erkannt. Das Schüttgewicht war 0,19. Das Produkt war unter Ausschluss von Windsichtverfahren hergestellt. Die Reissfestigkeit ist etwas besser als die mittlerer Handelsprodukte, die Härte ist normal, die Kerbzähigkeit etwas schlechter.

Eine Probe V 136 gegenüber V 123 durch Windsichtung aufgearbeitet, ergab eine allgemeine Herabsetzung der gummitecnischen Eigenschaften (Schüttgewicht 0,23!). Vor allem ist der Abrieb wesentlich schlechter.

Die Auffällung oder Zufällung von aktiven Aluminiumhydroxyd nach dem Rheinpreussen-Verfahren ergab ein Produkt mit einem Schüttgewicht von 0,25. Ein über das Mischungsverhältnis der beiden Produkte hinausgehender Vorteil war nicht festzustellen.

Aus folgender Tabelle sind die Eigenschaften der Probe 123, die später als R 8 halbertechnisch hergestellt wurde, im Vergleich zu Teg-Winter ersichtlich.

Testmischung des Materialprüfungsamtes.

Buna D 52	Plastizität		Reissfestigkeit	Härte Shore	Kerbzähigkeit	Abrieb
	Defo	Elest.				
	Härte					
Teg-Winter (K 140)	4600	37	85	67	32	125
Teg-Winter neu (K171)	5700	364	124	69,5	37,5	100
V 123, R8	8300	41	107	65,5	28	94
<u>Sohlenmischung</u>						
Teg-Winter (K140)	-	-	125	80	51	168
V 123 R8	-	-	99	82	39	107

Über die Prüfung von Tonerdegel, bezeichnet, R 8, 3 kg in Blechgefäss.

Prüfungsergebnisse.

	<u>Tegprobe R 8</u>
Kupfer	0,00 ₂ %
Mangan	0,00 ₂ %
Spez. Gewicht	2,04
Reaktion	neutral
Litergewicht	241,5 g/l
Schüttvolumen	430 cm ³ /100 g
Siebrückstand, trocken	0
Siebrückstand, nass	22,3 %
Wassergehalt bei 75 ⁰⁰	22,27 %
Wassergehalt bei 150 ⁰⁰	26,83 %
Differenz (Kapillarwasser etc.)	4,56 Gew. % 11,35 Vol. %

Ergebnisse der gummithechnologischen Prüfung: Mittelwerte aus je 3 Parallelversuchen.

Heizstufen bei 3 1/2 min in Minuten.

	10	20	30	40
	Probe R 8			
Zugfestigkeit kg/cm ²	80	90	95	92
Bruchdehnung in %	423	368	380	358
Spannungswert 100	33	38	38	45
Weichheit	36	33	32	31
Stosselastizität %	54	54	55	55
Abrieb in cm	-	-	190	-
Kerbzähigkeit in kg/cm	7	7	8	5

Probe R 8 entspricht auf Grund der in der Versuchsmischung ermittelten Daten gebräuchlichen Tegsorten und ist auch in chemischer Hinsicht einwandfrei.

Gummithechnische Untersuchungen von Tonerdegel Rheinpreussen.

Mit Notiz vom 16.5.1943 wurde über die gummithechnische Untersuchung einer Reihe von Rheinpreussen zur Verfügung gestellter unter verschiedenen Arbeitsbedingungen hergestellter Versuchsmuster von Tonerdegel berichtet. Die bei diesen Versuchen am günstigsten bewertete Probe (Nr. 2), bezeichnet R 8, wurde von Rheinpreussen in grösserem Versuchs-Massstab hergestellt und in einer

Menge von 100 kg zur Durchführung von Prüfungen in der Gummiindustrie zur Verfügung gestellt. Es wurde sowohl vom KOL als auch von 6 Gummifabriken, darunter die 4 im Teg-Ausschuss vertretenen, nach den vom Materialprüfungsamt herausgegebenen Richtlinien untersucht. Die hierbei von uns erhaltenen und von den Firmen mitgeteilten Prüfergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle in der Weise ausgewertet, dass die einzelnen Daten im Vergleich mit den bei einem guten Handels-Teg erhaltenen gekennzeichnet sind. (Hierbei bedeutet

- = schlechter,
- + = besser
- = = gleich,
- (-) = wenig schlechter etc.

als das Handelsprodukt; bei Dehnung, Modulus und Härte bedeutet

- n = niedriger
- h = höher

als die Vergleichsprobe.

	Misch- bark.	Flg- stiz.fest.	Reiss- fest.	Deh- nung	Här- Mod.	Ela- ste	Kerb- stiz.	Ab- rieb	Aus- reif.	Bruch- festigk.
KOL	-	-	(-)	n	h	h	v	(+)	=	
Gonti	-	-	-	n	h	h	+	(+)	(+)	gut
Semperit	-	-	-	n	h	h	+	-	+	
Wilop			(-)	h	(h)	h	+		+	
Freudenb.			=	n	h	h				schl.
Kubler			=							
Elbe								gut	gut	

Zu den mitgeteilten Daten fassen sich die Firmen wie folgt: Continental: Guten Handelsprodukten etwa gleichwertig; allerdings schwerer einmischbar und verarbeitbar. Trotzdem verdient es wegen guter Elastizität, Kerbzähigkeit und Abriebwerte besonderes Interesse. Zur Ausführung von 2 Betriebsversuchen zur genaueren Beurteilung 250 kg erwünscht.

Semperit. Die Verstärkerwirkung ist ähnlich dem Vergleichs-Teg. Das Material entspricht den gummithechnologischen Eigenschaften, jedoch wird besonders auf die ungünstige Verarbeitbarkeit verwiesen.

Wilop. "R 8" kommt der handelsüblichen Spitzenqualität (Teg-Winter) ziemlich nahe. Es ist als "aktive" Tegsorte zu bezeichnen. Endgültiges Urteil nach Ausführung eines Betriebsversuches mit 100 kg.

Freudenberg. Nicht in Test-Mischung sondern nur in Schlenmischungen geprüft. Das Material gibt Vulkanisate von grosser Härte. Die Schlenmischungen brechen bei statischer und dynamischer Prüfung sofort. Wahrscheinlich muss es anders dosiert werden als normale Teg-Sorten. Für endgültige Beurteilung wären weitere Versuchsreihen nötig.

Kubler. Ähnlich den Handels-Teg-Sorten. Vorteil: Es klumpt nicht beim Einmischen und gibt keine Blasen. Die Kerbzähigkeit lässt dagegen noch zu wünschen übrig.

Elbe. Die Mischungen binden schlecht und unvollständig auf dem Walzwerk, das Material gibt trockene und sehr harte Felle. Abrieb und Ausreissfestigkeit sind gut. Grossversuch würde interessieren, wenn das Produkt bezüglich des erwähnten Mangels weiterentwickelt werden könnte.

Zu diesen Befunden und den bei eigenen Untersuchungen erhaltenen Daten ist folgendes zu bemerken.

Die von den einzelnen Prüfern erhaltenen Ergebnisse stimmen im allgemeinen überein. Die Befunde weisen nur geringe Unterschiede auf. Die Aktivität des Füllstoffes wird im wesentlichen durch die Wirkung auf die Festigkeitswerte (Zerreissfestigkeit, Kerbzähigkeit, Abrieb) gekennzeichnet. Bezüglich Zerreissfestigkeit ist "R 8" den guten Handels-Teg-Sorten annähernd gleich bis gleich, bezüglich Kerbzähigkeit sogar etwas überlegen. Auch Abrieb und Ausreissfestigkeit stimmen mit den Werten der Vergleichsmaterialien etwa überein. Die Elastizität ist sogar etwas überlegen. Andererseits ist ein charakteristisches Merkmal des Produktes die verhärtende Wirkung auf Rohmischung und Vulkanisat, die sich in schwererer Einmischbarkeit und schlechterer Elastizität der Rohmischung sowie höherer Härte und grösserer Strammheit (höherem Modul, niedrigerer Dehnung) des Vulkanisats äussert. Diese Eigenschaften treten zwar als gewisse Erschwerung der Verarbeitung in Erscheinung, sind jedoch u. U. ebenfalls - worauf besonders Dr. Kluckow, Materialprüfungsamt, hinwies, - als Zeichen besonderer Aktivität zu werten.

Die bisherigen, in kleinem Massstab und in einzelnen Versuchen mit der festgelegten Testmischung und z. T. einer Schlenmischung gewonnenen Resultate geben mehr oder weniger einen orientierenden Hinweis für die Bewertung des Produktes. Es ist daraus zu entnehmen, dass das Qualitätsniveau von "R 8" den Handels-Teg-Sorten etwa gleich, aber der Charakter des Produktes in einzelnen Punkten verschieden ist. Durch Versuche auf breiterem Massstab

müssten die zweckmässigste Einsatzmöglichkeit und die etwaigen besonderen Vorteile des Materials ermittelt werden.

II. Bericht

Über gummithechnische Prüfungen von Teg Rheinpreussen. vom kolloidchemischen Laboratorium.

Die schwierige Verarbeitbarkeit von Teg Rheinpreussen geht aus den hohen Defo-Werten hervor. In den Festigkeitswerten liegt Teg Rheinpreussen in der Testmischung wenig hinter Teg Winter, bei volumenmässiger Dosierung annähernd gleich, in der Schlenmischung sogar darüber. Auch bezüglich Härte und Elastizität erscheint Teg Rheinpreussen in der Schlenmischung etwas günstiger. Der auffallend günstige Abriebbefund muss noch bestätigt werden.

Drei Lieferungen "R 8", "R 9" und "R 10" unterscheiden sich etwas in dem Sinne, dass "R 9" und "R 10" eine um Weniges geringere Aktivität aufweist als "R 8" (etwas geringere Festigkeit und höhere Elastizität).

Die schwerere Einmischbarkeit und höhere Härte von "R 8" gegenüber Handels-Teg deutet darauf hin, dass die optimalen Dosierungen bei den beiden Produkten verschieden liegen, so dass möglicherweise mit Teg Rheinpreussen bei geringeren Zusätzen schon die gleichen Effekte erzielt werden können.

Verschnitt von 35 Teg mit 23 Kieselkreide statt 58 Teg ergab bei "R 8" eine nur unwesentliche Herabsetzung der Festigkeit, eine wesentlich stärkere dagegen bei Teg Winter. Härte und Elastizität sind gegenüber 58 Teg Winter Verschnitt-Mischungen beeinflusst. Der Vergleich der beiden Verschnitt-Mischungen von Teg "R 8" bzw. Teg Winter mit Kieselkreide zeigt, dass "R 8" in wesentlich höherem Ausmasse mit Kieselkreide verschnitten werden kann als Teg Winter.

Die bisherige Forschung zur Herstellung von Teg nach dem Rheinpreussenverfahren hat in vier Patentanmeldungen verschiedene wichtige und neue Stufen geschützt.

In St 63 779 IVb/12m vom 7.1.1944 wird der Siebeffekt bzw. die weitere Nassvermahlung zur Erzielung einer feineren Aufteilung geschützt. Erfinder: Dr. Helmut Wiedmann und Dr. Friedrich Josten.

In St 62 756 IVb/12m vom 10.2.1943 wird das Fällungsverhältnis zweckmässig 1:0,22 angemeldet, ferner der technische Fortschritt durch Zerstäuben der Fällungskomponenten mittels Düsen und die weitere Schüttgewichtserniedrigung durch Temperung der Hydroxyde bei geeigneten Temperaturen. Erfinder: Wilhelm Haverkamp, Dr. Helmut Wiedmann und Dr. Friedrich Josten.

In St 63780 IVb/12m vom 7.1.1944 wird speziell die Umsetzung mit Wasser von einer Temperatur unter 10° bzw. mit Eis geschützt. Erfinder: Dr. Friedrich Josten.

Nach St 63 749 IVb/12m vom 3.1.1944 wird die besondere Feinteiligkeit und Gleichteiligkeit eines Aluminiumhydroxyds durch Temperatur- und Druckbehandlung des Reaktionsproduktes in Gegenwart von Wasser gefunden. Erfinder: Dr. H. Wiedmann.