

REEL NO 281-J

Start of Item

No

106

Abteilung 51  
Dr. Woldes / Low.  
28.4.1939.  
4 Ex.

Herrn Dir. Dr. Riehl/Dr. Reggelin  
Dr. Lange  
Dr. Jacobi  
Dr. Woldes

A387  
Dr. RAECKE  
-4. MAI 1939

106  
2527  
Tätigkeitsbericht

Januar - März 1939.

I. Persulfat-Elektrolyse.

1.) Diaphragmen - Spülkathode nach Schmidt.

BRP. Anz. Sch 114 710.

Da die früher durchgeführten Elektrolysen ( siehe Arbeitsbericht Dr. Woldes Juli - Dezember 1938 ) bei Verwendung eines Kohlerohres als Kathode keine befriedigenden Ergebnisse gezeigt hatten, wurden die Versuche mit einer Kathode aus Blei fortgesetzt. Die Form und die Anordnung der Elektroden waren von H. Schmidt genau angegeben worden. Auch hiermit wurden bei der Elektrolyse von Schmidt'schem Elektrolyten sehr schlechte Elektrolyse-Ausbeuten erhalten. Nach Anreicherung des Elektrolyten auf 5 - 6 g  $O_2$ /lit. betrug die Stromausbeute nur 29 - 30 %. Dabei war die Badspannung verhältnismäßig hoch ( 5,5 - 5,6 Volt ).

Diese Ergebnisse stimmen mit den schon früher bei eigenen Untersuchungen gewonnenen Erfahrungen überein ( siehe Arbeitsbericht Dr. Woldes vom 31. Dezember 1934 , S. 5 - 6 ).

2.) Schmidt-Anlage in Abteilung 45/6.

Um ein einwandfreies Urteil über den praktischen Wert des Schmidt-Verfahrens zu erhalten, wurde eine Elektrolyse-Anlage mit Diaphragmen-Zellen nach Schmidt'schen Angaben aufgebaut. Wegen der langen Lieferfristen wurde die Fertigstellung dieser Anlage sehr verzögert.

Nachdem die Elektrolyse in der ersten Aprilwoche zur Reinigung der Bäder probeweise in Gang gesetzt wurde, kann in diesen Tagen die Schmidt-Anlage voll in Betrieb genommen werden.

2528

## ii. Perkarbonat.

### 1. Verbesserung der Haltbarkeit.

#### a) Durch Zu-satz von Stabilisatoren.

Es wurde untersucht, in welcher Weise durch Zusatz von Carbon säuren, Oxy-carbonsäuren, Aminocarbonsäuren oder anderen Amino-Verbindungen bei der Herstellung des Perkarbonates die Haltbarkeit beeinflusst wird.

Die Versuche wurden in folgender Weise durchgeführt. In 550 cm<sup>3</sup> Wasserstoffsuperoxyd ( ca. 216 g H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ) wurde bei + 15 bis 17° C Sodalösung ( mit 300 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ) einlaufen gelassen, dann bei + 5° C 170 g calc. Soda ( techn. = 150 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ) und bei + 3° C 170 g NaCl ( Speisesalz ) eingestreut. Nach Ausrühren bei - 2° C. wurde abgenutscht und das Perkarbonat bei 35 - 40° auf einer Herde an der Luft getrocknet. Die Stabilisatoren wurden in einer Menge von 6 ( od. 0,6 ) g zusammen mit 35 g Wasserglas ( 38° Bé ) und 5 g Mg-Silikatpaste gleich zu Anfang in das Wasserstoffsuperoxyd eingerührt.

Die Produkte wurden in Labor 3 B nach der ZZ-Methode untersucht. Es wurden folgende Ergebnisse erhalten :

Stabilisation	Zusatz Menge g	Ausbau		Zusammensetzung						ZZ Jahres- Verl. %	Bemer- kung.	
		g	%	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> %	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> %	NaCl %	MgO %	SiO <sub>2</sub> %	H <sub>2</sub> O %			
ohne	-	622	79,7	64,7	29,1	2,96	0,17	1,57	1,50	5,7		
<u>aliph., Carbonsäuren.</u>												
Oxalsäure	6	640	81,8	64,5	28,2	3,29	0,08	1,94	2,99	5,3	schäumt b.d.Her- stellg.	
	0,6	611	79,8	65,3	28,7	3,00	0,11	1,62	1,27	4,9		
Bernsteinsäure	6	615	80,3	64,6	28,8	3,00	0,08	1,57	1,95	2,9		
	0,6	595	72,0	66,4	26,6	3,70	0,07	1,70	1,53	8,7		
Adipinsäure	6	602	79,3	64,7	29,0	3,02	0,15	1,52	1,71	2,9		
	0,6	610	78,2	64,9	28,2	3,23	0,15	1,99	1,53	4,2		
Sebacinsäure	6	570	70,3	64,0	27,1	3,85	0,13	2,12	2,83	4,0		
	0,6	602	72,3	65,9	26,5	3,89	0,13	1,97	2,41	6,9		
Tricarballoyl- säure	6	620	79,6	65,9	27,7	2,82	0,11	2,82	1,45	2,9		
	0,6	642	80,3	64,5	27,0	4,82	0,16	1,66	1,86	5,5		
Acetinsäure	6	618	79,8	64,6	27,8	4,00	0,13	1,48	1,99	3,6		
	0,6	632	80,8	64,2	27,7	3,91	0,14	1,97	2,08	2,1		
<u>aliph., Oxy-Carbonsäuren :</u>												
Apfelsäure	6	622	80,1	64,1	28,4	3,22	0,16	1,89	2,20	4,7		
	0,6	610	76,8	64,1	27,4	4,58	0,13	1,84	2,69	5,3		
Weinsäure	6	619	79,5	62,5	28,2	4,97	0,21	1,91	2,14	2,4		
	0,6	622	77,2	64,7	27,2	3,67	0,16	2,23	1,94	4,6		
Nitronensäure	6	600	53,3	74,0	19,5	2,83	0,17	2,21	1,28	27,0		
	0,6	582	72,9	64,3	27,6	4,40	0,14	1,97	1,60	5,3		
Schleimsäure	6	630	80,5	63,1	28,1	4,15	0,21	2,09	2,40	4,9		
	0,6	631	76,7	64,7	26,8	4,20	0,15	1,38	2,73	4,5		
<u>aromatische Carbon-Säuren und Oxy-Carbonsäuren.</u>												
Benzoesäure	6	635	79,6	64,5	27,6	3,41	0,09	1,94	2,46	2,1		gelbl., Phenol- geruch kristal- lisiert schlecht
	0,6	636	80,3	64,6	27,8	4,49	0,07	1,67	1,37	2,3		
Phthalensäure	6	595	78,2	64,5	28,9	2,89	0,17	1,60	1,94	2,1		
	0,6	632	80,4	64,3	28,0	4,71	0,15	1,38	1,46	3,9		
Limonsäure	6	662	80,7	65,7	26,4	3,53	0,12	1,71	2,54	1,6		
	0,6	665	80,9	65,6	26,3	3,75	0,12	1,43	2,80	2,6		
Salicylsäure	6	635	81,4	64,8	28,3	3,57	0,12	1,57	0,64	0,9		
	0,6	618	79,2	65,2	28,0	3,57	0,13	1,67	1,43	1,3		
Gallussäure	6	682	85,0	64,8	27,4	3,98	0,07	1,77	2,08	1,1		
	0,6	652	81,3	64,0	27,0	4,30	0,07	2,24	2,39	4,2		

Aminosäuren und andere Verbindungen :

Stabilisation	Zusatzmenge g	Ausbeute		Zusammensetzung						ZZ Jahres-Verl. %	Bemerkung
		g	%	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	NaCl	MgO	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O		
				%	%	%	%	%	%		
Glutamins.	6	632	81,4	64,4	28,0	3,63	0,10	1,92	1,95	2,2	
	0,6	659	83,1	64,9	27,5	3,84	0,11	2,00	1,65	2,0	
Sulfanils.	6,0	621	81,4	65,5	27,8	3,37	0,10	2,65	0,58	1,3	
	0,6	680	85,0	65,3	27,0	3,74	0,11	1,67	2,18	1,4	
Amido-Benzoes.	6	625	80,4	65,6	27,8	2,88	0,12	1,75	1,85	1,0	kristallisiert schlecht
	0,6	622	79,8	65,3	27,8	3,74	0,13	1,86	1,17	2,9	
Brenzschleims.	6	645	80,3	65,2	27,1	4,20	0,10	1,45	1,95	1,6	
	0,6	632	81,0	64,9	27,7	3,71	0,08	1,63	1,98	1,7	
Brenz-catechin	6	600	78,8	64,1	28,9	3,29	0,14	1,56	2,01	1,6	braun schlecht kristallisiert
	0,6	605	75,3	65,5	27,3	3,08	0,12	1,62	2,46	3,0	
p-Amido-phenol	6	663	81,8	65,9	26,7	2,96	0,11	1,68	2,65	1,1	gelbl. gut kristallis.
	0,6	648	82,5	64,6	27,5	4,15	0,12	1,76	1,87	1,9	
Benzaldin	6	650	84,8	64,5	28,2	3,51	0,09	1,69	2,01	0,7	
	0,6	618	77,8	65,3	27,2	4,03	0,06	1,78	1,63	2,3	
Fikrinsäure	0,6	638	80,1	65,7	27,1	3,47	0,15	1,72	1,86	2,2	gelbes Salz
Trilon A	6	591	76,1	65,7	28,1	1,15	0,13	1,78	3,14	3,5	gelbl.
	0,6	596	76,7	65,5	27,8	2,55	0,09	1,84	2,22	3,7	
Trilon B	6	625	81,7	64,6	28,5	3,3	0,10	1,86	1,64	2,4	
	0,6	617	80,3	64,3	28,4	3,7	0,12	1,97	1,51	2,0	

Die Ergebnisse der ZZ-Bestimmungen zeigen, dass durch diese Zusätze die Haltbarkeit des Porkarbonates nicht sehr beeinflusst wird.

b) Durch Ueberziehen des Perkarbonates mit wasserabstossenden Filmen :

Es sollte versucht werden, Perkarbonat mit einem wasserdichten Ueberzug zu versehen. Zu diesem Zweck wurde trockenes Perkarbonat ( von Rheinfelden ) in wasserfreie Lösungen von Filmbildnern eingeührt. Die Lösungen wurden soweit mit Lösungsmittel ( Benzol ) verdünnt, dass die Mischung gut filtrierbar war. Das abfiltrierte Perkarbonat wurde auf einer Dampfherde getrocknet.

Es wurde auch versucht, solche Mischungen zu verdampfen und im Vacuum einzutrocknen. Dies gelang aber nur sehr unvollkommen und führte zu keinen brauchbaren Produkten.

Zu den Versuchen wurden uns von Dr. Lübbert ( Abt. 46 ) einige Muster von besonders typischen Filmbildnern zur Verfügung gestellt. Es wurden folgende Ergebnisse erhalten :

als Filmbildner verwendet				Perkarbonat					
Name	Art	Benzol-Lösung		Menge g		Zusammensetzung			ZZ % Jahres- Verlust
		%	Menge cm <sup>3</sup>	angew.	erhalten	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> %	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> %	Rest %	
Perkarbonat oh. Ueberzug	zum Vergl.	-	-	-	-	28,7	65,2	6,1	4,4
Perkarbonat wurde nur mit wasserfr. Benzol be- handelt.		-	1 000	900	867	27,3	66,6	6,1	3,0
Benzyl-Cel- lulose	Cellulose- Aether	1	1 000	700	658	27,4	65,4	7,2	3,9
Timapas	Poly-acryls.	10	1 000	600	607	27,0	62,5	10,5	2,4
Novicoll II	Poly-vinyl- acetat	10	1 000	700	687	26,7	62,6	10,7	1,6
Remilla L	Poly-Styrol- Produkt	10	920	650	635	26,6	62,8	10,6	2,7
P.T.M.	Polyvinyl- acetat	10	1 000	700	705	27,3	63,4	9,3	1,3
Oppanol B30	synth. Koh- lenwasserst.	8	1 300	500	497	22,1	63,3	14,6	12,0
Paraffin (raman.)	Kohlenwasser- stoff n. Erd- öl.	4,7	1 000	900	890	27,4	63,8	8,8	2,3

Man sieht aus den Ergebnissen, dass durch das Zusammenrühren und neuerliche Trocknen der Perkarbonate ein geringer Verlust an aktivem Sauerstoff auftritt. Die Haltbarkeit der behandelten Perkarbonate wurde nicht wesentlich beeinflusst. Nur das mit Oppanol B 30 hergestellte Produkt zeigte grössere Verluste, sowohl bei der Herstellung als auch bei der Haltbarkeits-Untersuchung.

Die Produkte werden jetzt von Lab. 3 b in Persil-Mischungen mit normalem Seifenpulver und mit nahezu wasserfreier Seife ( von Abt. 51 ) gelagert und durch wöchentliche Kontrolle des  $H_2O_2$ -Gehaltes die Haltbarkeit bestimmt. Die Versuche sind noch nicht abgeschlossen, es lässt sich aber schon jetzt erkennen, dass nur die mit der Trockenseife hergestellten Persil-Mischungen brauchbare Haltbarkeiten zeigen.

## 2.) Herstellung von Perkarbonat nach Degussa.

Es soll das von der Degussa angewandte Herstellungsverfahren ( aus Natriumsuperoxyd und Bicarbonat ) nachgeprüft werden. Die Untersuchungen sind noch nicht über einige orientierende Vorversuche hinaus gediehen und können erst nach Einfahren der Schmidt-Anlage fortgesetzt werden.

## III. Elektrolytische Seifenspaltung.

Über diese Versuche wurde schon berichtet in einem Sonderbericht vom 4. April 1939.

*Heides.*

REEL NO 281-J

End of Item

No

106