

REEL No 281-J

Start of Item

No  
109

109

Abteilung 51  
Dr. Weldes / Low.  
3.4.1940.  
7 Ex.

1382  
Herrn Dr. Manchot  
Dr. Riehl/Dr. Jacobi  
Dr. Blaser  
Dr. Weldes/Dr. v. Freyhold

Forschungslaboratorium  
Rodleben

Böhme

1 Reserve.

Dr. Blaser 10.11.1940

2556

Tätigkeitsbericht

Januar bis März 1940.

I. Perkarbonat.

A. Versuche im Laboratorium.

1. Neues Verfahren der Degussa.

Die Degussa stellt jetzt in Rheinfelden das Perkarbonat bekanntlich auf folgende Weise her :

Es wird zunächst aus  $\text{Na}_2\text{O}_2$  mit wässriger Salzsäure eine koehsalzhaltige  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lösung hergestellt und diese in einem anderen Rührgefäß mit  $\text{Na}_2\text{O}_2$  und Bicarbonat in der üblichen Weise umgesetzt.

Das Verfahren wurde im Laboratorium nachgeprüft :

Es wurde zuerst in einen Glasbecher zu 1 Liter Lösung, welche 160-180 g  $\text{H}_2\text{O}_2$  und 300 g NaCl enthält, äquivalente Mengen von  $\text{Na}_2\text{O}_2$  ( 78 - 156 g ) und HCl conc. (170 340ccn ) gleichzeitig eingerührt und dabei die Temperatur auf + 5 bis + 10° gehalten. Ein Teil der Lösung ( 200 - 400 ccn ) wurde abfiltriert und in einem 2-ten Rührgefäß ( aus Aluminium ) ebenfalls unter Kühlung mit  $\text{Na}_2\text{O}_2$  und Bicarbonat, unter Zusatz von Wasserglas und Mg-Silikat, zusammengerührt. Diese Umsetzung wurde 4 - 6 mal durchgeführt. Es wurden dabei folgende Ergebnisse erhalten:



Die angegebenen Ausbeuten sind nur auf das angewandte  $\text{Na}_2\text{O}_2$  berechnet. Im Gesamtdurchschnitt kommt man auf etwa 75 % Ausbeute.

Wenn man die 4 Versuchereihen zusammenfasst, so kann man folgende  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Bilanz aufstellen :

Einsatz :		Erhalten :	
4 Lit. $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lsg. mit	727 g $\text{H}_2\text{O}_2$	4,51 Lit. $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lsg. mit	669 g $\text{H}_2\text{O}_2$
2 290 g $\text{K}_2\text{O}_2$	" 1 303 g "	10,19 " Mutterlauge "	148 g "
zus.:	2 030 g $\text{H}_2\text{O}_2$	3 286 g Percarbonat	" 1 003 g "
		zus.:	1 820 g $\text{H}_2\text{O}_2$ .

Ausbeute in :

berechnet auf

Gesamt-Einsatz (2030 g  $\text{H}_2\text{O}_2$ )  
 nach Abzug d.  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Rest-Lsg. }  
 2030-669 = 1 361 g  $\text{H}_2\text{O}_2$

$\text{H}_2\text{O}_2$ -Rest Lösung %	Percar- bonat Mutter- lauge %	Percar- bonat ge- trock- net %	Verlust %
33	7,3	49,5	10,2
-	10,9	73,7	15,4

Man sieht, dass die Ausbeutezahlen stark durch die in den Lösungen verbleibende  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Menge beeinflusst werden. Bei längerer Verwendung der Mutterlauge werden demnach die Ausbeutezahlen für das gewonnene Percarbonat ansteigen.

Die Laboratoriumsversuche haben also ergeben, dass nach dem neuen Degussa-Verfahren aus  $\text{Na}_2\text{O}_2$  ohne Schwierigkeiten ein haltbares Percarbonat erhalten wird. Die Gesamt-Ausbeute an akt.  $\text{O}_2$  beträgt, einschliesslich Mutterlauge, etwa 85 %. Die richtigen Ausbeutezahlen an festem Percarbonat können nur bei kontinuierlichem Betrieb in grösserem Massstab festgestellt werden.

## 2. Percarbonat aus $\text{Na}_2\text{O}_2$ und $\text{CO}_2$ .

Die bisherigen Versuche hatten gezeigt, dass beim Einleiten von  $\text{CO}_2$  in eine wässrige Lösung von  $\text{Na}_2\text{O}_2$  die Umsetzung nur sehr langsam vor sich geht. Da dies auf die geringe Löslichkeit der Kohlensäure zurückgeführt wird, sollte versucht werden, durch Anwendung von Druck, die Reaktion zu verbessern.

Die Versuche ergaben, dass beim Einleiten der  $\text{CO}_2$  in eine  $\text{Na}_2\text{O}_2$ -Lösung unter einem Druck von 1 - 4 atü keine bessere Umsetzung erzielt wird. Ebenso wie bei den früheren Versuchen ohne Druck tritt hierbei immer starke Zersetzung auf. Auch durch Anwendung der üblichen stabilisierenden Zusätze ( Wasserglas und Magnesiumsilikat ) und tiefer Temperaturen ( + 10 - 0° ) wird keine Verbesserung erreicht.

Schliesslich wurde umgekehrt in eine unter Druck ( 3 - 5 atü ) hergestellte wässrige  $\text{CO}_2$ -Lösung, welche Mg-Silikat und Wasserglas enthält, unter Rühren der Lösung, das  $\text{Na}_2\text{O}_2$  aus einem Vorratsbehälter langsam eingetragen. Die Temperatur wurde auf 5 - 10° C gehalten. Es wurde abwechselnd  $\text{CO}_2$  eingedrückt und  $\text{Na}_2\text{O}_2$  zugesetzt, in solchen Mengen, dass immer ein kleiner Ueberschuss von  $\text{CO}_2$  vorhanden war.

Es wurden verwendet :

3 Lit. Wasser, 50 g Mg-Silikat-Paste, 33 g Wasserglas (38° B $\acute{e}$  ), 442 g  $\text{CO}_2$  und 780 g  $\text{Na}_2\text{O}_2$ .

Nach ca. 3 Stunden wurde das ausgeschiedene Salz abfiltriert. Es enthielt in feuchtem Zustand nur Spuren von akt.  $\text{O}_2$ , dagegen ca. 34 %  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Demnach hatte sich nur Kristallsoda (  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  enthält 37 %  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ) ausgeschieden.

Auch durch Zugabe von freiem Wasserstoffsuperoxyd, um auf das richtige Verhältnis von 1  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  : 1,5  $\text{H}_2\text{O}_2$  zu gelangen, sowie durch Zugesen von Kochsalz zum Aussalzen wird keine Ausscheidung von Percarbonat erreicht. Bei allen diesen Versuchen mit gasförmiger Kohlensäure wurde immer die starke Zersetzung des Peroxyds beobachtet.

### 3. Percarbonat-Gewinnung durch Versprühen.

Die Versuche zur Gewinnung von Percarbonat durch Versprühen wurden fortgesetzt.

#### a) Im Welterturm von Abteilung 51.

Es wurden die gleichen Mischungsverhältnisse wie bei den früheren Sprühversuchen mit 2 Liter-Ansätzen (siehe Tätigkeitsbericht vom 3.1.1940) angewandt:

200 Lit. Wasser

25 kg  $\text{Na}_2\text{O}_2$  ( gibt 10,88 kg  $\text{H}_2\text{O}_2$  )

54 "  $\text{NaHCO}_3$  ( " 68 "  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  )

3,3 kg Wasserglas ( 38° B6 )

0,5 kg Mg-Silikat-Paste.

Der Ansatz wurde in einem mit Mantelkühlung versehenen Ruhrbehälter aus V2A ( Samesreuther ) auf folgende Weise hergestellt. In das Wasser wurden zuerst das Mg-Silikat und das  $\text{NaHCO}_3$  eingerührt und dann während 2 Stunden bei 8 - 10° C das  $\text{Na}_2\text{O}_2$  ( mit dem Wasserglas ) in kleinen Portionen zugegeben. Das Gemenge wurde dann mit Druckluft in einen Zwischenbehälter gedrückt und von dort aus mit einer Niederdruckdüse von oben in den 16 - 17 m hohen Welterturm versprüht, in welchen warme Luft von unten eingeblasen wurde.

Es wurden folgende Versuche mit verschiedenen Temperaturen und Durchsatzgeschwindigkeiten durchgeführt :

Vers. Nr.		Kr 9	Kr 10	Kr 11	Kr 12
Ansatzmenge enthält $\text{Na}_2\text{O}_2$		25 kg	25 kg	50 kg	50 kg
Temperaturen im Turm an der Düse (oben)		58° C	64° C	63° C	63° C
von oben nach unten in Abstand von je 3 1/2 m gemessen an unteren Ende		52 "	47 "	46 "	42 "
		55 "	60 "	62 "	81 "
		96 "	122 "	118 "	97 "
		100 "	120 "	118 "	82 "
		70 "	65 "	64 "	62 "
Durchsatzmenge	Lit. i. d. Min.	6,8	5,2	5,9	2,9 Lit.
Luftmenge	m <sup>3</sup> /Std.	6000 m <sup>3</sup>	6200 m <sup>3</sup>	6200 m <sup>3</sup>	8000 m <sup>3</sup>
erhalten :					
Staub	Menge kg	5 kg	9 kg	11 kg	33 kg
	$\text{H}_2\text{O}_2$ %	11,2	10,9	8,2	8,1
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ %	78,4	73,7	86,9	85,9
Fulver	Menge kg	nichts	7	10	13
	$\text{H}_2\text{O}_2$ %		8,6	5	6,2
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ %	erhalt.	85,9	74,2	86,5
an der Wand	Menge kg	5	140	58	94
	$\text{H}_2\text{O}_2$ %	4,6	5,1	5,0	4,8
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ %	75,8	76,3	71,9	86,0
Ausbeute an akt. $\text{O}_2$		war nicht alles trocken		45,5	41,5

(berechnet aus der Soda-Menge, unter der Annahme, dass das Verhältnis  $\text{H}_2\text{O}_2$  :  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  in Gesamtdurchschnitt gleich bleibt.)

Unter den angegebenen Bedingungen wurden keine guten Ergebnisse erhalten. Es soll noch untersucht werden, ob durch Verwendung anderer Düsen oder durch andere Führung der Trockenluft eine Verbesserung erreicht werden kann.

b. Im grossen Krauseturm von Abteilung 51.  
( Beton - Turm,  $\phi$  1 600 mm )

Ansatz :

- 50 Lit. Wasser
- 6,5 kg  $\text{Na}_2\text{O}_2$  ( gibt 2,83 kg  $\text{H}_2\text{O}_2$  )
- 14,1 "  $\text{NaHCO}_3$  ( " 17,8 kg  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  )
- 0,9 " Wasserglas (  $38^\circ \text{Bé}$  )
- 0,125 kg Mg-Silikat-Paste.

Der Ansatz wurde in gleicher Weise, wie vorher beschrieben, in einen 100 Lit. fassenden Behälter aus V2A unter guter Kühlung bei  $4 - 9^\circ \text{C}$  angerührt und dann bei verschiedenen Temperaturen und Durchsatzgeschwindigkeiten in den Krauseturm mit einer Düsen Scheibe versprüht. Es wurde mit  $1200 ( - 1500 ) \text{ m}^3$  Luft in der Stunde gearbeitet und folgende Ergebnisse erhalten :

Versuchs-Nr.	Krl5	Krl6	Krl7	Krl8	Krl9	Kr20	Kr21	Kr22	Kr23	Kr24
Ansatz enthielt										
$\text{Na}_2\text{O}_2$ kg	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5	5,3
Durchsatz 50 Lit. i. Std.	3	2	2,2	2,6	2,5	2,25	2,25	2,6	2,3	3,75
Temp. i. Turm										
oben $^\circ\text{C}$	85	84	93	92	99	89	97	103	98	103
unten "	65	63	66	58	67	60	65	75	74	79
Abluft "	70	70	75	66	67	76	72	79	78	79
erhalten:										
Fulv. Menge kg	14,6	11,8	5,3	11,2	13,0	8,4	10,1	11,9	12,9	9,7
$\text{H}_2\text{O}_2$ %	6,5	8,9	10,5	10,0	10,7	9,2	9,8	9,5	9,6	9,0
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ "	88,0	86,9	86,9	86,9	85,9	86,9	85,9	87,5	86,9	88,4
a. d. Wand										
Menge kg	0,2	6,9	4,0	5,4	4,4	6,9	6,4	3,5	2,9	1,7
$\text{H}_2\text{O}_2$ %	n.b.	7,0	7,7	5,1	2,8	5,7	3,5	3,8	6,0	3,7
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ "	n.b.	85,3	88,0	77,9	80,6	80,0	77,4	89,0	81,6	92,2
Ans. a. akt. $\text{O}_2$										
in Pulver	33,2	37,2	19,6	40,2	49,1	27,4	24,2	34,3	39,3	34,0
ges. Prod.	33,3	54,4	30,5	49,9	53,5	41,4	42,7	44,9	50,3	40,7
Verlust:	66,7	45,6	69,5	50,1	46,5	58,6	57,3	55,1	49,7	53,3



Auch diese in Krauseturm durchgeführten Versuche brachten keine befriedigenden Ergebnisse. Es traten sehr grosse Verluste ( 50 - 60 % ) auf und die hierbei erhaltenen Pulver waren nicht besonders haltbar ( Jahresverlust 102% des akt.  $O_2$  ). Auch hier könnte vielleicht durch grundlegende Aenderung der Sprühbedingungen ( Düsen- und Luftbewegung ) eine Verbesserung erzielt werden.

#### B. Betriebsversuche in Abteilung 45/7.

Die im Sommer 1939 begonnenen Betriebsversuche zur Herstellung von Percarbonat aus Wasserstoff-Peroxyd und fester Soda nach dem Ausühr-Verfahren, unter wiederholter Verwendung der Mutterlaugen, wurden fortgesetzt. Um die Produktion nicht zu stören, wurden die Ansätze jeweils am Wochenende in der folgenden Weise durchgeführt.

1. Die kalte, von dem vorherigen Ansatz stammende Mutterlauge wurde in das V2A-Rührgefäss gedrückt und abgemessen.
2. Magnesium-Silikat, Wasserglas und Wasserstoffperoxyd ohne Kühlung zugesetzt.
3. Feste Soda langsam eingetragen, bis die Temp. auf  $+20^{\circ}$  ( bzw. später  $+10^{\circ} C$  ) angestiegen war, dann weiter mit geringer Kühlung (  $+18$  bzw.  $+8^{\circ}$  ) gearbeitet. Gesamtzeit des Eintragens 3 Stunden.
4. Zugabe der mittlerweile angefallenen restlichen Mutterlaugen und Schleuderabläufe ( vom vorhergehenden Ansatz
5. Steinsalz im Verlaufe von  $1/2$  Std. eingetragen, dabei Kühlung bis  $+12^{\circ}$  ( bzw.  $+7^{\circ}$  ).
6. Rühren und Kühlen bis  $-4^{\circ} C$ .  
Zugabe noch vorhandener Schleuder-Abläufe.  
Gesamtzeit des Ansatzes bis zum Ablassen 5 - 6 Std.

Die Ergebnisse der unter verschiedenen Bedingungen durchgeführten Versuchschargen wurden in der folgenden Tabelle zusammengefasst :

Percarbonat - Versuche - Ansätze in Abteilung 45/7, ausgeführt Febr. u. März 1940.

Vers. Nr.	A n s a t z						Verfahren	End- vsl. Lit.	Mutterlg. u. d. Ablassen)						Per-Karbonat						Ausbeute als Fest- salz ++)		Haltbark. ZZ % Jahres- verlust	Bemerkungen	
	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> kg	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> l	Mlg. i.l.	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> kg	NaCl kg	Ges. Lit.			H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> g/l	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> g/l	NaCl g/l	SiO <sub>2</sub> g/l	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> kg	+	kg	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> %	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> %	NaCl %	SiO <sub>2</sub> %	Rest %	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> kg			%
															Ausbe. % ++)										
665	290	725	1973	564	90	2700								866	29,4	65,8	n.b.	n.b.	4,8	255	88,0	1,0	mehr schlecht geschludert  gut genutzt, geschludert und getrocknet.		
699	320	1050	2030	628	90	3100	3500	26,1	56,2	"	n.b.	2,17	81	25	322	30,2	66,6	1,54	n.b.	1,66	248	77,5		1,7	
700	320	800	2500	661	90	3300	3500	22,1	54,6	36,5	0,425	2,47	73	23	813	29,3	66,8	2,05	"	1,85	238	74,5		1,6	
713)	320	800	1500 fest	448 224	320	2400	2400	16-17	45,50	113 134	0,29 0,174	2,9	40	12,5										0,7	
								Normal-Ansatz																	
714	240	600	2000	460	83	2600	2970	16,2	48,8	139	0,104	3,0	42	17	688	29,8	65,4	n.b.	"	4,8	205	85,4	1,0	beim Zusetzen der Schlunder- abläufe trat starkes Schäumen auf.	
715	320	800	2570	627	110	3400	3620	15,2	48,2	144	0,084	3,2	52	16	900	30,3	65,6	"	"	4,1	273	85,2	0,8		
716	320	800	2570	623	110	3400	3650	13	54,6	151	0,11	4,2	44	14	857	28,3	65,8	3,04	0,69	2,77	242,5	75,8	0,5		
717	320	800	2800	595	125	3600	3850	13,9	49,3	155	0,14	3,6	50	16	856,5	29,5	65,8	2,92	0,64	1,14	253	79,0	0,7		
718	320	800	2570	627	110	3400	3700	16,2	44	156	0,21	2,7	55	17	904	30,2	65,6	2,75	0,55	0,90	273	85,2	0,7		
714- 718	1520												243	16											0,7
																					1246,5	82,0			

+) Aus Ansatz-Lit. Menge berechnet.  
 ++) Die Ausbeutezahlen wurden auf das jeweils neu zum Ansatz  
 gebrachte H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ( ohne Mutterlauge ) berechnet.

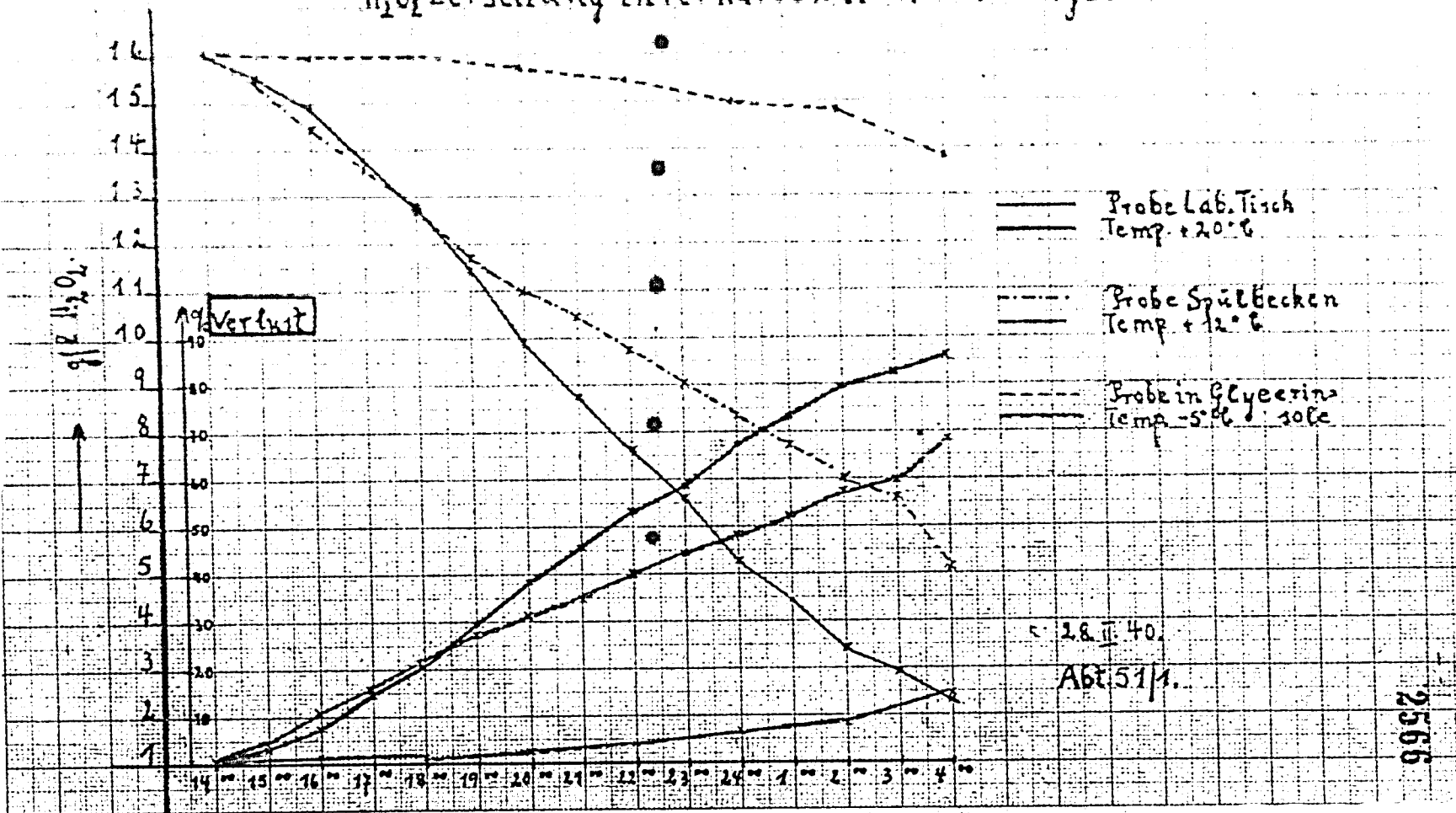
Die Versuche zeigen, dass, wie im Laboratorium auch im Betriebsmaßstab, bei Einhaltung ganz bestimmter Konzentrationsverhältnisse ein Percarbonat erhalten wird, welches sich gut nutschen, schleudern und trocknen lässt.

Bei den fortlaufend mit derselben Mutterlauge durchgeführten Ansätzen Nr. 714 - 718 betrug die Ausbeute an akt.  $O_2$  in trockenem Percarbonat 82 %. Die Untersuchung der Haltbarkeit ergab einen jährlichen Verlust von 0,7 % des akt.  $O_2$ .

In den Mutterlauge waren durchschnittlich 16 % des akt.  $O_2$  enthalten. In Zusammenhang mit diesen Untersuchungen wurde in Betriebslabor der Abt. 45 folgende Abnahme des akt.  $O_2$ -Gehaltes in der Percarbonat-Mutterlauge bei verschiedenen Temperaturen festgestellt.

Zeit Jahr	Percarbonat-Mutterlauge aus dem Betrieb. bei					
	Zimmertemperatur + 20° C		fliess. Wasser + 12° C		Kühlsole - 5° C.	
	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> g/Lit.	Abnahme %	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> g/Lit.	Abnahme %	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> g/Lit.	Abn. %
14	16,1	-	16,1	-	16,1	-
15	15,6	3,2	15,5	3,7	-	-
16	14,9	7,4	14,4	10,6	15,9	1,06
17	13,8	14,3	13,6	15,3	-	-
18	12,8	20,4	12,8	20,6	15,9	1,06
19	11,4	29,1	14,6	27,5	-	-
20	9,9	38,1	11,0	31,7	15,7	2,1
21	8,8	45,5	10,5	34,3	-	-
22	7,7	53,3	9,7	39,6	15,5	3,7
23	6,6	58,7	9,0	43,9	-	-
24	5,3	67,2	8,3	48,1	15,0	6,9
1 <sup>00</sup>	4,4	72,8	7,7	51,9	-	-
2 <sup>00</sup>	3,4	78,8	7,0	56,6	14,8	7,9
3 <sup>00</sup>	2,9	81,8	6,6	58,7	-	-
4 <sup>00</sup>	2,3	85,7	5,1	68,2	13,8	14,3

# H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Zersetzung in Perkarbonat-Mutterlauge.



Aus den Ergebnissen ( siehe auch Schaubild ) sieht man, dass bei guter Kühlung im Vorlauf von 10 Stunden nur bis zu 15 % des akt.  $O_2$  verlorengehen.

Da beobachtet wurde, dass beim Zugeben der restlichen Mutterlaugen ( und Schleuderabläufe ) vom vorhergehenden Ansatz immer sehr starkes Schäumen auftritt, sollen bei den nächsten Versuchsansätzen diese Restlösungen nicht mehr verwendet werden.

Für die weiteren Versuche wird die folgende Arbeitsvorschrift angewandt :

a) Ansatz :

1. Ansatz: 240 kg  $H_2O_2$  (ca. 40 % = 600 Lit.)  
 1600-1700 Lit. Mutterlauge (= ganze Mutterlauge von e. Normal-Ansatz ohne Schleuderabl., enthält  $\left\{ \begin{array}{l} X \text{ kg } H_2O \\ Y \text{ kg } Na_2CO_3 \end{array} \right.$

$\left[ (240-X) \cdot 2,08 - Y \right] \cdot \text{kg } Na_2CO_3$   
 7 kg Mg-Silikat-Paste  
 15 " Wasserglas ( 38° B $\acute{e}$  )  
 85 " Steinsalz } mit Wasser verdünnt.

2. Ansatz: ( und folgende ) 320 kg  $H_2O_2$  (ca. 40 % = 800 Lit.)  
 2600 Lit. Mutterlauge (= 54 cm von oben gemessen) ohne Schleuderabläufe enthält  $\left\{ \begin{array}{l} X \text{ kg } H_2O \\ Y \text{ kg } Na_2CO_3 \end{array} \right.$

$\left[ (320-X) \cdot 2,08 - Y \right] \cdot \text{kg } Na_2CO_3$   
 7 kg Mg-Silikat-Paste  
 15 kg Wasserglas ( 38° B $\acute{e}$  )  
 115 kg Steinsalz.

b) Arbeitsweise :

- 1) Mutterlauge hochdrücken bis auf 85 (bezw. 54) cm vom Rand = 1 660 (bezw. 2600) Lit., Rest sofort in Kanal.
- 2) Mg-Silikat, Wasserglas,  $H_2O_2$  ohne Kühlung zugeben. Zeit und Temp. aufschreiben.
- 3) Soda eintragen ohne Kühlung bis + 10° C., dann wenig Kühlung " + 8 " .  
 Zeit: für die ganze Soda : 3 Stunden.

- 4) Steinmasse eintragen, Temp. bis + 7° C, Zeit 1/2 Std.
- 5) Rühren, kühlen bis - 4° C, Zeit 5 - 6 Stunden vom Anfang an.
- 6) Vor dem Ablassen Menge ( cm ) abmessen, von der Mutterlauge und Probe zum Betriebslabor.

II. Paraffat-Elektrolyse.

1. Diaphragmen-Versuche.

Die Versuche mit P.C.-Faser-Geweben (Sumit) der Firma Schrupp u. Müller, Retzdorf, wurden fortgesetzt.

A. Versuche im Betrieb 45/2.

In zwei Betriebsabläufern der Pietzsch-Anlage wurden einzelne Elektrodenblöcke eingebaut, deren Graphitkathoden mit verschiedenen Faser-Geweben umhüllt waren. Die Blöcke wurden ca. 3 Wochen in Dauerbetrieb verwendet und zeigten dann folgende Ergebnisse :

Material :	Diaphragma :	Reisfestigkeit:			Aussehen :
		vorher kg	nachher kg	Abnahme %	
Glaslitze, 15 mm breit v. Barthels & Feldhoff, W'tal	Wicklung, 6,6 m auf 1 Kathoden-S.	71,7	36,8	48,7	Wicklung festgeklebt, Paraffinierung z.T. geschmolzen.
P.C.-Seide v. Fa. Schrupp & Müller	Wicklung, schräg geschnittene Streifen v. 5 cm Breite u. 190 cm Länge	39,1	33,7	13,8	etwas dunkel gefärbt.
P.C.-Gewebe P 4870 v. Fa. S. & M.	als passender Ueberzug (unten geschlossener Filterschlauch) mit PC-Garn genäht.	87,4	69,9	20,0	an den Nähten stellenweise aufgeplatzt und zum Teil festgeklebt.
P.C.-Gewebe P 10379 v. Fa. S. & M.		232	231	0,4	

Die Blöcke mit den Schlauch-Diaphragmen wurden von Anfang an sehr heiss, sodass die Vergussmasse schmolz.

Man kann aus den Versuchsergebnissen folgendes entnehmen :

- a) Die PC-Faser wurde in der kurzen Betriebszeit von dem Pietsch-Elektrolyten nicht wesentlich angegriffen. Die Glasfaser verhielt sich dagegen sehr schlecht ( dies war auch früher mit anderen Glas-Geweben schon festgestellt worden).
- b) Eine Wicklung aus Stoffstreifen verhält sich günstiger als fertig genähte Diaphragmensschläuche, da bei den letzteren Hohlräume auftreten, welche sich mit Gas (Wasserstoff ) füllen und dann grösseren Widerstand (Erhitzung) verursachen können.
- c) Es muss versucht werden, solche Diaphragmen aus PC-Faser-Geweben zu erhalten, welche ähnlich wie unsere bisher verwendete Asbestschmur, mehr wollige Struktur mit unregelmässig liegenden Fasern haben. Zu diesem Zweck wurde mit der Firma Schrupp & Müller in Betzdorf persönlich Pählung genommen ( siehe Reisebericht vom 2. März 1940) und von dort sogenannte Loden-Gewebe aus PC-Faser bestellt.

## B. Versuche in Labor.

In Laboratorium wurde mit einer längeren Versuchsreihe begonnen, durch welche die Wirkung verschiedener Gewebematerialien als Diaphragma vergleichsweise festgestellt werden soll. Hierzu dienen Elektrolyse-Versuche, welche in einer Laboratoriumszelle nach dem Pietsch-Verfahren ( mit einem auf den Graphitstab aufgewickelten Diaphragma ) durchgeführt werden.

Als vorläufiges Ergebnis der Versuche kann gesagt werden, dass die Badspannung, welche bei gleichen Belastungen auftritt, sowohl von der Art des Gewebes ( z. B. Schmur oder Filtertuch ) als auch von der Zusammensetzung des Faserstoffs ( Glas, Asbest, PC-Faser ) abhängt.

Da die Versuche noch nicht abgeschlossen sind, soll erst später ausführlich darüber berichtet werden.

### C. Patentanmeldung.

Als Unterlage für unsere neue Patentanmeldung D 559 ( = Ann. H 161 714 ) " Diaphragma für elektrolytische Zwecke " mit dem Patentanspruch :

Verwendung von Vinylchlorid-Polymerisaten zur Herstellung von Diaphragmen für elektrolytische Arbeitsgänge, wurden in Laboratorium verschiedene Vergleichversuche durchgeführt ( siehe Aktennotizen Dr. Welches vom 26.1.1940 und vom 15.2.1940).

### 2. Säurereinigung.

Es wurde in Laboratorium nachgeprüft, wie durch Zusatz von K - oder  $(NH_4)$ -Sulfat die betriebsübliche Reinigung der Destillations säure in unserer Peroxyd-Fabrik beeinflusst wird. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen wurden in einem Bericht vom 19. März 1940 zusammengestellt.

### 3. Schmidt-Anlage.

In verschiedenen Besprechungen mit dem technischen Büro wurden die Einzelheiten für die Konstruktion eines grossen Elektrolyseurs ( für 3 000 Amp. Belastung ) durchgesprochen.



### III. Borsäure.

Es wurden Versuche durchgeführt und darüber berichtet :

- 1) Ueber die Gewinnung von Borsäure aus Mineralien durch Aufschluss mit Schwefelsäure ( siehe Bericht vom 3.2. 1940).
- 2) Ueber die Flüchtigkeit, Löslichkeit und Rückgewinnung von Borsäure ( siehe Bericht vom 14.2.1940 ).

### IV. Kalk-Anstrich-Massen.

Auf Veranlassung unserer Patentabteilung wurden die Patente des Herrn O. Mielcke, Berlin, über ein Verfahren zur Herstellung wetterfester Anstrichmassen und -farben im Laboratorium nachgeprüft ( siehe DRP 631 620, DRP 658 716, DRP 674 770 und DRP 678 206 ). Ueber die Ergebnisse der Labor-Versuche wurde berichtet am 23. Februar 1940.

Zur Durchführung von praktischen Anstrichversuchen wurden von Dr. Rud. Köhler entsprechende Anweisungen an Handwerker weitergegeben.

### V. Wasserglas-Filtration.

Auf Wunsch der Betriebsleitung sollte die Filtration von Wasserglas durch ein "Metex"-Stahl-Filtertuch versucht werden. Da nur ein kleines Stück des Gewebes zur Verfügung stand, konnten nur Laboratoriumversuche in einer Nutsche von 50 mm Durchmesser durchgeführt werden. Es wurde mit heisser Sulfatglaslösung von Abteilung 50, welche Filterzusätze enthielt, bei 4 - 5 atü Druck gearbeitet. Das Filtrat lief anfangs trübe durch, nach kurzer Zeit war jedoch das Filter so stark verstopft, dass die Wasserglaslösung nur mehr tropfenweise ablief.

Zur richtigen Beurteilung über die Verwendbarkeit solcher Filter-Gewebe ist es notwendig, grössere Mengen zu beschaffen, um wenigstens eine kleine Filterpresse in der Versuchsabteilung ( mit Rahmen 600 x 600 mm ) damit auszurüsten zu können.

VI. Patent-Einsprüche.

Für folgende fremde Patentanmeldungen wurden mündlich und schriftlich Unterlagen an unsere Patentabteilung zur Begründung eines Einspruchs gegeben :

DRP. Anz. V 33 252 von Victor Chemical Works.

Herst. v. Wasserweichungsmitteln aus  $\text{NH}_3$  u.  $\text{P}_2\text{O}_5$ .  
kein Material gefunden.

DRP. Anz. Sch 114 012 von Heinr. Schmidt.

Verf. s. Gewinnung von hochkonzentrierten  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lsgen.  
(Einspritzen vorkonzentr.  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lsg. in die Kondens.)  
siehe dazu Aktennotiz vom 22. Januar 1940.

DRP. Anz. J 56 769 von J.G. Farben.

Verf. s. Herst. von säurefesten Kittungen.

Es sollen hochkonzentrierte (über 30 %ige) Wasserglaslösungen vom Verh. 3,4  $\text{SiO}_2$  : 1  $\text{H}_2\text{O}$  verwendet werden. Solche Lösungen können hergestellt werden, sind sehr zähflüssig; kein Einspruch möglich.

DRP. Anz. J 60 254 von J.G. Farben.

Verf. s. Herst. von wasserfesten und säurebeständigen Kitten.

Die in Anspruch zur Anwendung gebrachten Wasserglas-Pulver vom Verh.  $\text{SiO}_2$  :  $\text{H}_2\text{O}$  = 3,0 wurden schon in and. Patentanmeldungen genannt.

DRP. Ann. P 85 267 von Friedel, Dresden.

Feste Desinfektions- und Reinigungsmittel.  
bestehend aus hochalkalischen Stoffen (NaOH) in  
Tablettenform mit einem Spritzüberzug von Wgl.  
Die Herstellungsmöglichkeit und Brauchbarkeit  
ist sehr fraglich.

DRP. Ann. A 86 411 von Adolph & Bretschger (= Pietzsch,  
München ).

Verf. s. Herstellung von  $H_2O_2$   
Es soll dauernd e. Konzentration von 750 - 1000 g  
 $H_2SO_4$  in Lit. eingehalten werden ( siehe Akten-  
notiz vom 30.1.1940 ).

DRP. Ann. A 84 735 von Adolph & Bretschger (= Pietzsch,  
München).

Elektroden-Anordnung für die Herstellung von Per-  
Verbindungen.

Platin-Anode mit Träger (Stromzuführung) aus  
Tantal, ist beschrieben im Weissenstein-Verfahren.  
DRP 386 514.

DRP. Ann. K 155 412 von Koepf & Co. Chem. Fabrik, Oestrich.

Herst. v. Alkalihydroxyd über Alkaliferrit.  
gekennzeichnet durch die Verwendung von Alkalifer-  
mat. Das Verfahren stellt eine Weiterentwicklung  
des Loewig-Verf. (DRP. 21 593) und des alten Koepf-  
Verf. (DRP. 229 116) dar; kein neuheitsschädliches  
Material gefunden.

DRP. Ann. G 97 160 von Giesler & Trinius, Brühl.

Verf. s. Gewinnung von Persalzen durch Elektrolyse.  
gekennzeichnet durch Stromkonzentration von über  
2 000 Amp./Lit. Einfluss der Stromkonzentration  
längst vorherveröffentlicht, besonders DRP 560 583  
von Oesterr. chem. Werke schützt Stromkonzentration  
von mehr als 200 Amp./Lit. Anodenraum.

*Meckler*

REEL NO 281-J

End of Item

No

109