

REEL No 281-J

Start of Item

No

110

Abteilung 51  
Dr. Woldes / Lew.  
19.7.1940.  
7 Ex.

378  
Herrn Dr. Manohot  
Dr. Riehl/Dr. Jacobi  
Dr. Blaser  
Dr. Woldes

Forschungslaboratorium  
Böhme  
1 Reserve.

Tätigkeitsbericht

A p r i l - J u l i 1 9 4 0.

2574

- I. Percarbonat, Betriebsversuche.
- II. Ferrosulfat - Elektrolyse, Diaphragmen.
- III. Wasserstoffsuperoxyd, Destillation, Herstellung aus Gasen.
- IV. Borax-Reinigung, Patent-Nachprüfung Kuhnert.
- V. Wasserglasabteilung,  
Abwasser, Schleuderkristall, Herstellung aus Kochsalz.
- VI. Natriumchlorid.
- VII. Sulfatabwasser v.d. Paraffinoxydation.
- VIII. Emulsionen aus Fettsäure-Rückständen.
- II. Patent-Bearbeitung.

Percarbonat.

1.) Betriebsversuche.

In Abteilung 45 sind nun alle Vorbedingungen für die Durchführung des Verfahrens mit Verwendung der Mutterlauge geschaffen worden.

Es wurde zunächst vom Betrieb festgestellt, dass bei Verwendung möglichst Calcium-freier Soda ( calc. Soda von Matthes und Weber ) das Percarbonat dauernd in grobkörniger Form erhalten wird. Ausserdem wurden dort Versuche durchgeführt, um ohne vorheriges Abnutschen das Percarbonat direkt auf der Hochleistungszentrifuge zu filtrieren. Dabei zeigte sich, dass man mit dem Zusatz von Mg-Silikat auf die halbe Menge wie bisher üblich gehen kann. Dadurch wird das Schleuderprodukt noch trockener erhalten, ohne dass die Haltbarkeit des Percarbonates sich verschlechtert.

Die kontinuierlichen Betriebsversuche unter Wiederverwendung der Mutterlauge ( siehe Tätigkeitsbericht vom 3.4. 1940, S. 11 - 12 ) konnten nicht fortgesetzt werden, da die gesamte  $H_2O_2$ -Produktion zum Versand kam. Die Versuche können erst durchgeführt werden, wenn wieder  $H_2O_2$  für Percarbonat zur Verfügung steht.

2.) Degussa-Verfahren.

Im Hinblick auf die von uns beabsichtigte Wieder-Verwendung der Mutterlauge bei der Herstellung von Percarbonat musste auch geklärt werden, ob nicht dadurch das von der Degussa in mehreren Auslandsanmeldungen geschützte Verfahren zur Herstellung von Percarbonat aus Alkalibicarbonat, und Alkali-Peroxyd und Wasserstoff-Peroxyd verletzt wird, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass festes  $Na_2O_2$  und  $NaHCO_3$  einer Kochsalzhaltigen Wasserstoffperoxydlösung zugesetzt werden.

Die Aussprache mit unserer Patent-Abteilung ergab, dass unsere Arbeitsweise zur Herstellung von Percarbonat aus  $H_2O_2$  und  $Na_2CO_3$  unter Wiederverwendung salzhaltiger Mutterlaugen zu neuen Ansätzen keine Verletzung der bisher bekannten Degussa-Patente darstellt ( siehe Aktennotiz Dr. Welde's vom 12.4.1940 und Gutachten unserer Patent-Abteilung vom 24.4.1940 ).

## II. Persulfat-Elektrolyse-Diaphragmen.

Es wurden im Laboratorium verschiedene Verarbeitungsformen der PC-Faser ( Gewebe u. Schnur-Wicklungen ) im Vergleich mit Asbest auf ihre Eignung als Kathoden-Diaphragma in der Pletsch-Zelle untersucht.

Hierüber wurde berichtet von Dr. Welde/Pickhard am 26. 6. 1940.

Dauerversuche mit solchen Diaphragmen-Wicklungen aus PC-Loden werden von Abteilung 45 in Betriebszellen durchgeführt.

## III. Wasserstoffsüberoxyd.

### 1.) Konzentrieren von $H_2O_2$ -Lösungen.

Die Angaben von Hurd u. Paterbaugh ( Journ. Americ. Chem. Soc. 52 (1930) 950-953 ), dass man  $H_2O_2$ -Lösungen sehr leicht konzentrieren kann, wenn man die Lösungen unter Zusatz von Kohlenwasserstoffen ( Xylol, Cymol, Tetralin ) destilliert, wurde im Laboratorium nachgeprüft und bestätigt.

Diese Destillation verläuft als umgekehrte Wasserdampf-Destillation, das Wasser wird mit dem Kohlenwasserstoff azeotrop abgetrieben und eine konzentrierte Lösung von  $H_2O_2$  bleibt zurück.

Einzelergebnisse der Labor-Versuche :

a) Destillation bei gewöhnlichem Druck ( 760 mm ).

Aus einer Mischung von 500 ccm Xylol und 500 ccm 2,4%-igen  $H_2O_2$  wurden bei 92 - 98° C erhalten

470 ccm wässriges Destillat n. 2,26 g  $H_2O_2$  (=0,48%ig)

14 ccm Rückstand " 5,27 g " (=37,66 %).

Hierbei trat starke Zersetzung auf, die Verluste betrugen 37,8 %.

b) Destillation im Vacuum.

Mit Tetralin wurde bei 6 - 15 mm (Quecksilber ) Druck und 50 - 55° C mit 88 - 90 % Ausbeute bis zu 60 %iges Wasserstoffsuperoxyd ohne Schwierigkeit erhalten.

Durch Anwendung des Vacuums war demnach die Zersetzung wesentlich herabgesetzt worden. Eine praktische Bedeutung ist diesem Verfahren vorerst nicht beizumessen.

2.) Wasserstoffsuperoxyd-Bildung aus  $H_2$ -u. $O_2$ -Gasgemischen durch stille elektrische Entladung.

In mehreren Patentanmeldungen sind Verfahren beschrieben, nach welchen Wasserstoffsuperoxyd aus Gemischen von  $H_2$ - und  $O_2$ -Gasgemischen durch stille elektrische Entladung gewonnen wird. Dabei werden allerdings nur sehr geringe Konzentrationen an  $H_2O_2$  erhalten.

Es erschien wünschenswert, dass auch in unserem Laboratorium diese Reaktion einmal nachgeprüft wurde.

Zu diesem Zwecke wurden nicht explosive  $H_2$ - $O_2$ -Gemische ( mit max. 4,5 %  $O_2$  ! ) in Doppelrohren nach Art der Siemens-Ozon-Röhren mit hochgespannten Wechselstrom behandelt.

Hierbei wird untersucht :

- a) Einfluss der Gaseschwindigkeit und  $O_2$ -Konzentration.
- b) Einfluss des Feuchtigkeitsgehaltes der Gas Mischung.
- c) Einfluss von Zusätzen.
- d) Einfluss der angewandten Spannung.
- e) Einfluss der Frequenz.

Bisher wurde festgestellt :

- a) Bei einer Gaseschwindigkeit von 100 l/Std. wird mit einem  $O_2$ -Gehalt von 2 - 2 1/2 % die beste Ausbeute (bezogen auf  $O_2$  2-4 %) erhalten.
- b) Durch Zugabe von Wasserdampf zum Reaktionsgemisch wird gegenüber trockenen Gasen die  $H_2O_2$ -Ausbeute etwa verdoppelt.

Mit einem Entladungsrrohr von  $776 \text{ cm}^2$  wirksamer Oberfläche wurde bei 8 000 Volt und 50 Perioden 0,1 - 0,2 g  $H_2O_2$  in der Stunde gewonnen.

(Eine genaue Beschreibung der Versuche wird nach Abschluss der Versuche in einem Sonderbericht gegeben).

#### IV. Borax-Reinigung.

Auf Wunsch von Herrn Dr. Jacobi wurde das Verfahren von Kuhnert (A.P. 1 812 347 aus den Jahre 1929) zur Abscheidung wasserlöslicher Kieselsäure-Verunreinigungen aus Borax mit Hilfe von Aluminium-Salzen im Laboratorium nachgeprüft.

Unser Rohborax (Rasorit) enthält :

(Angabe des Betriebslabors in Abt. 45).

44,2 %  $B_2O_3$  (entspr. ca. 120 %  $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$ )

3,71 %  $SiO_2$

2,95 % Fe, Al, Ca, Mg-Oxyde.

Durch Zusatz von 6,4 g  $Al_2(SO_4)_3$  auf eine Lösung von 1 kg Rasorit in 2 Lit. Wasser wurde nach dem Abfiltrieren und Kristallisieren ein Borax erhalten, welcher neben 0,03 - 0,04 %  $Al_2O_3$  nur noch 0,006 - 0,009 %  $SiO_2$  enthielt (Die  $SiO_2$ -Be-

stimmung wurde im Hauptlabor durch Abrauchen mit  $\text{HClO}_4$  durchgeführt).

Der im Betrieb 45/5 unkristallisierte Nasorit-Borax enthält ca. 0,07 %  $\text{SiO}_2$ . Die Reinigungswirkung des Kuhnert'schen Verfahrens ist demnach sehr gut. Eine Nachprüfung im Betrieb ist noch notwendig.

## V. Wasserglasabteilung.

### 1) Für Neubau der Schwefelsäurefabrik.

- a) Es wurde eine Untersuchung der in Abteilung 50 vorhandenen Abwasser durchgeführt und hierüber in einem Sonderbericht ( Dr. Woldes " Über Kühlwasser in Abteilung 50 " vom 24.4.1940 ) sowie in dem letzten Tätigkeitsbericht von Dr. v. Freyhold ( am 12.6.1940, S. 4-5 ) ausführlich berichtet.
- b) Für die Neubau-Abteilung ( H. Heitzert ) wurden einige Angaben über die Löslichkeit von  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  in 60°iger  $\text{H}_2\text{SO}_4$  zusammengestellt ( siehe Aktennotiz von Dr. Woldes vom 24.4.1940, betr. Neubau der Schwefelsäurefabrik ).

### 2) Schleuderkrisit.

Über die  $\text{CO}_2$ -Behandlung und die Lagerfähigkeit des so behandelten Krisits wurden einige Labor-Versuche durchgeführt. ( S. Sonderbericht von Dr. Woldes vom 12.6.1940 über Schleuderkrisit ).

### 3) Herstellung von Wasserglas aus Kochsals.

Über zuletzt bekanntgewordene russische Arbeiten von Kraanikow (Chem. Industrie Bd.62 (1939) S.1021 und Bd. 63 (1940) S. 156 ) sowie das neueste Cornelius-Verfahren (A.P. 2 154 439 ) zur Herstellung von Silikaten aus Kochsals wurde in einer Aktennotiz vom 19.6.1940 referiert.

Es ist beabsichtigt, im Labor eine Nachprüfung der genannten Angaben durchzuführen.

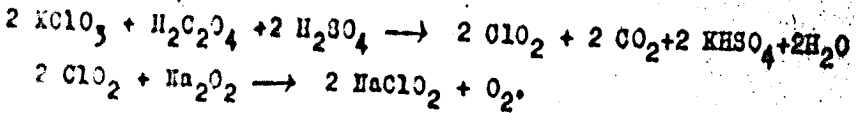
VI. Natriumchlorit ( NaClO<sub>2</sub> ).

In der Zeitschrift News Edition Bd. 18 (1940) S. 9 und S.96 wird NaClO<sub>2</sub> als Bleichmittel für die Industrie genannt. Es wird auch mitgeteilt, dass die Mathieson Alkali Works ein Produkt mit 80 % NaClO<sub>2</sub> unter den Namen " Textone " in den Handel bringen.

Es sollte für unsere Textil-Abteilung Labor 3 0 eine kleine Menge NaClO<sub>2</sub> hergestellt werden.

Die preparative Herstellung wurde nach den Angaben in Gmelins Handbuch Band Natrium und Band Chlor durchgeführt ( s. auch Forster, Z. Elektrochemie 23 (1917) S.138 ). Es wurde zuerst aus Kaliumchlorat mit Oxalsäure und verdünnter Schwefelsäure Chlordioxyd gewonnen, dieses in Wasser aufgefangen und mit Barium- oder Natrium-Peroxyd umgesetzt.

Es wurde mit äquivalenten Mengen nach folgender Formulierung gearbeitet :



Die auf diese Weise erhaltene wässrige Lösung von Natriumchlorit ( bei Verwendung von BaO<sub>2</sub> nach Anfüllen des Ba mit der äquivalenten Menge Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> und Abfiltrieren des Ba<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) wurde auf dem Wasserbad zur Trockene eingedampft. Das Einlaßprodukt enthielt bis zu 86 % NaClO<sub>2</sub>, 6 % NaCl (Rest Wasser), Hypochlorit, Chlorat und Sulfat waren nicht enthalten.

Die auf theoretische Umsetzung von Chlorat berechnete Ausbeute betrug 72 - 75 %.

Es wurden in Portionen von ca. 100 g im Ganzen etwa 600 g NaClO<sub>2</sub> hergestellt und davon ein Teil an das Textil-Labor abgegeben.



VII. Sulfatabwässer von der Paraffinoxydation.

- 1) Ueber die Gewinnung von Natriumsulfat aus den Sulfat-Abwässern der Paraffin-Oxydation durch Eindampfen und die Verwendung dieses Sulfats zur Herstellung von Wasserglas ( durch Schmelzen mit Sand und Kohle ) wurden Versuche durchgeführt.

Es wurde darüber berichtet : siehe Aktennotiz vom 30.4. 1940.

Entwurf für Neuanmeldung am 6.6.1940. Neue Patent-Anmeldung D 589 vom 4.7.1940.

- 2) Ueber einen Vorschlag zur Aufarbeitung der Sulfat-Abwässer auf elektrolytischen Wege wurden Unterlagen zusammengestellt in einer Aktennotiz vom 9.5.1940.

VIII. Herstellung von Emulsionen aus Fettsäure-Destillations-Rückständen,

Es sollte versucht werden, aus dem Rückstand von der Fettsäure-Destillation mit Hilfe von Wasserglas eine Emulsion herzustellen, welche als Ersatz von Teer-Emulsion für Straßenbau-Zwecke verwendet werden könnte.

Für die Versuche wurde ein Destillationsrückstand (D.R.) aus Abteilung 12 verwendet, welcher folgende Kennzahlen hatte :

33 : = 81      VZ : = 135      Tropfpunkt : 60° C  
spez.Gew.(20° C) 0,942      Asche 0,2 %.

Es wurde zunächst festgestellt, wie sich dieser DR bei Behandlung mit verschiedenen Mengen Natronlauge verhält.

Probe 3: Alkalimenge genügt zur Absättigung der 92.  
auf 1 kg DR      58 g NaOH ( in Wasser gelöst ).  
Die Mischung wurde erwärmt und mit Wasser auf 2 kg aufgefüllt, bleibt pastenartig.

Probe V : Alkalimenge entspricht der VZ.

auf 1 kg DR ca. 97 g NaOH ( in Wasser gelöst ).

Die Mischung wurde längere Zeit erhitzt und mit Wasser auf 2 kg aufgefüllt; ist heiss dünnflüssig, kalt salbenartig.

Es wurde nun versucht, verschiedene Mischungen mit gewöhnlichen Wasserglas (37/38° B6 ) herzustellen.

Die Bestandteile wurden unter Erwärmen zusammengemischt und mit einem intensiv wirkenden Turbinen-Rührwerk bis zum Erkalten gerührt.

Bezeichnung :	Bestandteile :	Verfahren :	Aussehen - Haltbarkeit :
B 1	400 g B 600 g Wgl.(37/38°)	¼ Std. heiss, dann kalt gerührt	schon nach 2 Stunden deutlich abgesetzt.
Y 1	500 g Y 500 g Wgl.(37/38°)	1 Std. heiss, dann kalt gerührt.	sehr dickbreiig, setzt sich wenig ab.
Y 2	250 g DR 25 g Kalk(gelöscht) 225 g Wasser 500 g Wgl.(37/38°)	zuerst heiss verrührt, dann mit Wgl. verrührt bis kalt.	sehr dickflüssig, nach 4 Wochen etwas abgesetzt.
Y 3	250 DR 750 g Wgl.(37/38°) 250 g Wasser	zuerst 2 Std. heiss, dann kalt gerührt	sehr sähe Paste, bleibt gallertige Masse.
Y 4	100 g Y 50 g Wgl.(37/38°)mus. 50 g Wasser 19°Bd.	1 ¼ Std. heiss, dann kalt verr.	sehr sähe Paste, gallertig, wenig abgesetzt nach 4 Wochen.
Y 5	150 g Y 117 g Wgl.(37/38°)mus. 33 g Wasser 30°Bd.	1 Std. heiss, dann kalt verr.	wie oben
Y 6	250 g Y 500 g Wgl.(37/38°)	½ Std. heiss, dann kalt verr.	sehr sähe Paste, nach 1 Tag wässrige Schicht abgesetzt.
Y 7	500 g Wgl.(37/38°) 50 g Y 80 g DR	zuerst vermischt, dann DR heiss eingerührt.	Die Mischung wird steif und lässt sich nicht mehr verrühren.
Y 8	500 g Y 500 g Wgl.(30° Bd)	heiss verrührt, dann kalt(wie V5)	dick breiig, wenig abgesetzt.
Y 9	400 g Y 2(m.Kalk) 300 g Wgl.(37/38°)	heiss verrührt, dann kalt ger.	ziemlich dünnflüssig, nach 4 Woch. stark abges.
Y 10	500 g Y 3 200 g Wgl.(37/38°)	heiss flüssig, dann kalt gerührt	gleichmässig, dickflüssig nach 8 Woch. nicht abges.

Nach den für Strassenbau-Emulsionen aufgestellten Normen sind folgende Eigenschaften vorgeschrieben :

Die Emulsion muss enthalten :

50 - 55 % organischen Bindemittel

50 - 45 % anorganische Bestandteile (einschl. Wasser).

Die Mischung soll als solche giesbar flüssig sein und muss mindestens 8 Wochen vollständig emulgiert bleiben.

Zu keine der hergestellten Emulsionen den genannten Bedingungen ganz entspricht, wurden keine weiteren Versuche damit hergestellt.

## II. Patent-Bearbeitung.

Es wurden Unterlagen für Einsprüche und Bescheidserledigungen von folgenden Patentanmeldungen zur Verfügung gestellt :

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

" Feste Desinfektions- und Reinigungsmittel ".

(s. Aktennotiz von H. Rogner vom 13.4.1940 ).

DRP ANM. Neuameldung von Henkel. ( P<sub>3</sub> - Labor ).

" Ueber die Giftigkeit von Natriumnitrit ".

( Aktennotiz vom 8.4.1940 ).

DRP ANM. J. 60549 von J.G.-Farben.

" Verf. s. Herst. v. säurefesten Kittungen ".

( Aktennotiz vom 12.4.1940 ).

DRP ANM. J 60 025 von J.G. - Farben.

" Verf. s. unmittelbaren Herstellung von festem Wasserglas ".

( Mitteilung vom 5.7.1940 ).

DRP ANM. H. 160 775 von Mohly.

" Verf. s. Herstellung von farbigem Wandputz ".

( Mitteilung vom 3.5.1940 ).

BRF Ann. L 93 059 von Hoemer.

"Einatzmittel aus Torf, Wasserglas usw."  
Kein Material gefunden.

BRF Ann. Sch 113 337 v.H. Schmidt.

"Verf. z. Gewinnung von akt.  $O_2$ -Verbindungen durch Zerstäuben".  
(Aktennotiz vom 23.5.1940).

BRF Ann. H 39 363 von Houry u. van der Lande.

"Verf. z. Herst. von Wasserstoffsuperoxyd".  
(Mitteilung vom 18.6.1940).

BRF Ann. P 72 378 von Du Pont de Nemours.

"Verf. z. Stabilisieren von Perverbindungen mittels Pyrophosphorsäure - Zinn - Verbindungen."  
Persönl. Rücksprache in der Pat.-Abt. wegen unserer Ann.  
D 247.

BRF Ann. S 119 386 von Solvay, Brüssel.

"Verf. zur Herst. von kristallinem wasserfreiem Natriumcarbonat."  
(Mitteilung vom 10.7.1940).

BRF Ann. H 158 019 von Henkel ( D 526 ).

"Verfahren zur Gewinnung von Fettsäure durch Elektrolyse."  
Erwiderung auf Bescheid vom 4.6.1940.

*Attilia*

REEL NO 281-J

End of Item

No

110