

REEL No 281-J

Start of Item

No

III

Abteilung 51  
 Dr. Weldes / Low.  
 21.7.1941.  
 7 Ex.

Herren Dr. Manhot  
 Dr. Riehl  
 Dr. Blaser  
 Dr. Weldes

Rodleben  
 Böhme  
 1 Reservo.

2586

Tätigkeitsbericht  
Januar bis Juni 1941.

- I. Wasserstoffperoxyd :
  - 1) Destillationsversuche
  - 2) Diaphragmenversuche

} für die Schmidt-Anlage.
  
- II. Wasserglas-Pedra :
  - 1) Aufschluss von Sand mit Natronlauge.
  - 2) Natrium-Silikate mit Alkali-Überschuss.
  - 3) Einkonservierung.
  - 4) Wasserglas als Farbbindemittel.
  - 5) Phosphat-Alkali-Gemisch.
  - 6) Natriumsulfat von Witten für Wasserglas.
  - 7) Ofengas-Untersuchung bei Heizung mit UV Mersol.
  - 8) Geplante Arbeiten.
  
- III. Phosphat-Aufschluss nach dem thermischen Verfahren.
  
- IV. Natriumchlorit.
  
- V. Potentiometrische Arbeiten.
  
- VI. Patent-Bearbeitung.

Wasserstoffperoxyd,

1) Destillationsbedingungen in der Schmidt'schen Anordnung.

Im Laboratorium wurden mit einem einzelnen senkrecht stehenden Porzellanrohr von 1400 mm Länge und 30 mm lichte Durchmesser eine Reihe von Destillationsversuchen unter verschiedenen Bedingungen (Vacuum, Durchflussgeschwindigkeit) durchgeführt.

Die Versuche ergaben, dass durch Erhöhung des Elektrolytdurchlaufs die Destillationsausbeute von 70 % bis auf 76 % erhöht werden kann. Es wäre auf diese Weise möglich, die Leistung der Schmidt'schen Destillations-Anlage auf das 1,8-fache zu steigern. (Genaue Angaben im Bericht von Dr. Welde/Pickhard vom 4.4.1941).

2) Diaphragmen-Versuche.

a) Porzellan-Diaphragmen.

Von verschiedenen Porzellan-Diaphragmen, wie sie in den Schmidt'schen Zellen verwendet werden, wurden Messungen über den Widerstand und das Poren-Volumen durchgeführt. Die Untersuchungen sollen nach Eintreffen neuer Diaphragmen von der staatlichen Porzellan-Manufaktur, Berlin, fortgesetzt werden.

Auf Veranlassung von Herrn Schmidt stellte die staatliche Porzellan Manufaktur, Berlin, 4 neue Porzellan-Diaphragmen-Platten der Größe 510 x 310 x 2 mm mit verstärktem Rand für Versuche zur Verfügung. Diese Platten sollen demnächst in ein Betriebsbad der Schmidt-Anlage zur Erprobung eingebaut werden.

b) Faser-Diaphragma.

Für unsere Patentanmeldung D 559 (Verwendung von PC-Faser als Diaphragma bei der elektrolytischen Herstellung von Per-Verbindungen werden auf Veranlassung des amtlichen Prüfers Vergleichs-Versuche mit verschiedenen anderen Kunststoffen durchgeführt. Die Versuche sind noch nicht abgeschlossen.

## II. Wasserglas - Fedrei.

### 1) Aufschluss von Sand mit Natronlauge.

Durch Versuche in Labor-Autoklaven und im Proben-Löser von Abt. 50 wurde festgestellt, dass es gelingt, aus gewöhnlichem Schmelzsand durch Kochen mit 37 - 38 %iger Natronlauge bei 3 atü Dampfdruck Kristit herzustellen. Da der Aufschluss nicht vollständig ist, muss die erhaltene Kristitlösung durch Filtrieren oder Absitzenlassen vom ungelöst gebliebenen Sand abgetrennt werden.

(Es wurde über diese Versuche ausführlich berichtet von Dr. Woldes/Dr. v. Freyhold am 16.1.1941.)

### 2) Natrium-Silikate mit Alkali-Überschuss.

Nachdem im Labor die verschiedenen Verfahren zur Herstellung von Ortho- und Sesqui-Silikaten ausprobiert waren, wurde im Fedrei-Betrieb ( Abt. 57 ) die Gewinnung solcher Produkte auf den Kristitbändern versucht und eine betriebsmäßige Arbeitsvorschrift hierfür ausgearbeitet. Es wurden hierzu Ansätze von 500 bis 1 000 kg verarbeitet.

(Einzelheiten im Bericht von Dr. Woldes vom 16.5.1941).

In P<sub>3</sub>-Labor der Versuchs-Abteilung werden jetzt mit diesen Produkten Lagerungs- und Reinigungsversuche durchgeführt. Ausserdem ist eine Untersuchung über Schmelzpunkte, Lösungswärmen und p<sub>H</sub>-Werte dieser Silikate im Gange.

### 3) Wasserglas zur Einkonservierung.

Die  
a) Lagerhaltbarkeit von Porzil-Mischungen mit verschiedenen Zusätzen von Majamin, Stärke, Silikagel, Kreide, Kalkstein-Pulver, wird geprüft.

Bisher wurde festgestellt, dass nach 1 - 2 Monaten mit Ausnahme der Majamin enthaltenden sämtliche anderen Mischungen fest wurden. Auch die festgewordenen Mischungen mit Kalk, Kreide oder Silikagel sind nach 3-monatl. Lagerung in Wasser gut zerteilbar und löslich. Die Versuche werden noch fortgesetzt.

b) Die Untersuchung der physiologischen Wirksamkeit von Majamin und Sekalsulfonat wurde im pharmakologischen Institut der Universität Freiburg i.Br. durchgeführt. Es wurden durch Rattenfütterungsversuche folgende Ergebnisse erhalten ( a.d. Brief v. Dr. Enders vom 9.4.41):

Substanz :	letale Dosis :
I - Sekalsulfonat (n. 17% organ. Sulfonat-gehalt )	1,3 g/kg Rattengewicht
II - Majamin (83,6 % tetralinsulfosaures Na)	8,6 g/kg " "

Auch nach 14-tägiger Verabreichung der 1/3 bis 1/2 Menge von der letalen Dosis im Tage wurde keine kumulierende Wirkung beobachtet.

Demnach sind die beiden Notzmittel als relativ wenig giftig anzusprechen und man könnte vor allem das Majamin ohne Bedenken in dem Ei-Bindegmittel verwenden.

#### 4) Wasserglas als Farb-Bindemittel.

##### a) Mischungen von Wasserglas mit entülter Bleicherde :

Die Firma Nobles u. Thürl in Hamburg-Harburg hatte uns ein Verfahren zur Herstellung eines flamm Sichereren Anstrichmittels angeboten, welches aus Wasserglas und einem Zusatz von gebrauchter, entülter Bleicherde besteht.

Bei Anstrich-Versuchen, welche Herr Ladwig mit dieser Mischung ausgeführt hatte, zeigte sich, dass beim Vermischen von Bleicherde und Wasserglas die Mischung allmählich sehr dickflüssig wird und starke Klumpenbildung auftritt.

Um Einblick in den Vorgang des Verdickens von Wasserglas mit Bleicherde zu gewinnen, wurden vergleichsweise eine Anzahl Mischungen aus 37/40-er Wasserglas und verschiedenen anorganischen Zusätzen hergestellt und mehrere Monate in verschlossenen Flaschen aufbewahrt.

Mischung aus 1 Gwt. Zusatz + X Gwt. 37/40er Vgl.	Aussehen der Mischung			n. 3 Monaten
	sofort	nach 1 Tag	n. 1 Monat	
1 Kreide + 4 Vgl.	fein verteilt, setzt sich rasch ab	Die Zusatzstoffe sind vollständig locker abgesetzt und lassen sich leicht aufrühren		ganz stark abgesetzt, lässt sich noch voll- ständig auf- rühren, abgesetzt u. etw. erh.
1 Schiefermehl + 4 Vgl.				
1 Asbestmehl + 4 Vgl.				
1 Kaolin + 4 Vgl.	fein ver- teilt, we- nig abges.	vollkommen verklebt abgesetzt		ziemlich durchschei- nend, gallert- artig verklebt
1 Kieselgur + 7 Vgl.				
1 Silicagel + 6 Vgl.	gallertart. verklebt	vollkommen verklebt abgesetzt		ziemlich durchschei- nend, gallert- artig verklebt
1 Tonsil + 6 Vgl.	klumpt, setzt sich ab			
1 Bleicherde (entölt v. Hobbs & Thörl ) + 4 Vgl.	klumpt nicht sofort, setzt sich ab.	dickbreilig, in groben Körnern ab- gesetzt.	teilw. gal- lertig ver- klebt	sehr stark verklebt

Man sieht daraus, dass auch ungebrauchte Bleicherde (Tonsil) oder Silicagel mit dem Wasserglas wie die gebrauchte Bleicherde von H. & Th. eine klumpende Mischung gibt, welche schon nach 1 Tag vollständig verklebt ist. Dagegen werden Mischungen mit Kreide, Schiefermehl, Asbestmehl oder Kaolin nicht verändert.

Auch nach 3 Monaten lässt sich das abgesetzte Mineralpulver wieder aufrühren, ein Verkleben hat also nicht stattgefunden.

Damit ist also zunächst bewiesen, dass das Abbinden von Wasserglas - Farb - Anstrichen für gewöhnlich nicht auf einer Reaktion zwischen dem Farb - Mineral ( z. B. Kreide ) und dem Wasserglas beruht. Man muss vielmehr annehmen, dass die Bindung erst beim Trocknen durch Ausscheiden von Kieselsäure aus dem Wasserglas mit Hilfe der Luft - Kohlensäure erfolgt.

Anders verhalten sich dagegen Mischungen mit Silicagel und Bleicherden, welche reaktionsfähige Kieselsäure enthalten. Hier wird vermutlich durch das Alkali des Wasserglases die Kieselsäure angegriffen und zum Quellen gebracht, sodass schliesslich die Mischung verklebt.

#### b) Einwirkung von Kiesin-Wasserglas auf Quarmehl.

Es ist uns mitgeteilt worden, dass durch Zusatz von Quarmehl zu sogenannten Wasserglas-Farben die Haftfestigkeit der Anstriche verbessert wird. Als Zusatz wurde 6 g Quarmehl auf 1 kg Farbbindemittel ( z. B. Kiesin ) angegeben. Es sollte daher festgestellt werden, ob und in welcher Masse Quarmehl von Kiesin-Wasserglas angegriffen wird.

1. Versuch: 6,39 g Quarmehl (unter 10  $\mu$  fein) wurde mit 1 kg Kiesin verrührt, die Mischung in einer Flasche unter Luftabschluss längere Zeit stehen gelassen und in unregelmässigen Zeitabständen durchgeschüttelt. Nach 10 Wochen wurde das Wasserglas abfiltriert und der Rückstand gewaschen und getrocknet. Es waren nur mehr 5,29 g Rückstand vorhanden, also über 1 g  $\text{SiO}_2$  in Lösung gegangen.

2. Versuch : 100 g trockenes Quarzmehl (feinster Ata-Staub)  
 1000 g Kiesin-Wasserglas  
 wurden 8 Tage lang in einer verschlossenen  
 Flasche auf der Schüttelmaschine geschüttelt.  
 Zum Vergleich wurde eine Flasche mit Kiesin-  
 Wasserglas ohne Zusatz in derselben Weise be-  
 handelt.

Es ergab sich : Quarzmehl-Rückstand 96,2 g  
 Abnahme 3,8 g  $\text{SiO}_2$ .

Die Bestimmung des  $\text{SiO}_2$ -Gehalts in der Lösung  
 ergab :

Im Kiesin ohne Zusatz	16,27 % $\text{SiO}_2$
" " mit Quarzmehl	<u>16,92 % "</u>

Dennach in Lösung gegan-  
 gen :

6,5 g  $\text{SiO}_2$ .

Die beiden  $\text{SiO}_2$ -Verte ( Abnahme im Rückstand und Zunahme  
 in der Lösung stimmen nicht überein, da vermutlich trotz  
 mehrfachen Auswaschens in dem feinen Quarzmehl noch Was-  
 serglas-Lösung zurückgehalten wurde.

Man sieht aber, dass tatsächlich Quarzmehl von Kiesin an-  
 gegriffen wird.

*Handwritten signature*

5) Phosphat-Alkali-Gemisch.

Es wurden Versuche durchgeführt, um den aus 70 % Aetnatron und 30 % Trinatriumphosphat bestehenden Reiniger VR 122 ohne Staub und in Schuppenform herzustellen.

Die Versuche ergaben, dass dies durch Verwendung von wasserhaltigen Diphosphat ohne Schwierigkeiten möglich ist.

Es wurde darüber berichtet von Dr. Weldes/Pickhard am 27.6.1941.

6) Natriumsulfat von Witten.

Es wurden Eindampf- und Kristallisations-Versuche mit Wittener Hersetzungswasser durchgeführt. Ueber die Versuche wird nach Eingang der analytischen Untersuchungs-Ergebnisse gesondert berichtet.

7) Ofen-Gas-Untersuchung bei Heisung mit Mersol UV.

Es wurden Untersuchungen der Ofen-Abgase von dem mit 30% Mersol-UV geheizten Wasserglasofen Nr. 6 (am 6.2.1941) durchgeführt, um den Gehalt an HCl zu bestimmen.

Die Gase wurden durch eine mit Bicarbonat-Lösung beschickte Waschflasche hindurchgesaugt. Es wurde in 35 Lit. Gas 0,04 g HCl (entsprechend 1,1g HCl m<sup>3</sup>) gefunden.

Diese HCl-Menge ist geringer als der Berechnung entspricht (2 - 3 g HCl/m<sup>3</sup>, siehe Aktennotiz von Dr. Weldes am 18.1.1941 über "Verbrennungsgase des UV von Mersol). Es muss also mehr Luft vorhanden sein, als theoretisch zur Verbrennung nötig wäre.

8) Geplante Arbeiten.a) Herstellung von Wasserglas in einem Staub-Brenner.

Es soll das Verhalten eines Sand-Soda-Gemisches in einen für die Verbrennung von Kohle-Staub geeigneten Brenner festgestellt werden.

b) Herstellung von K<sub>2</sub> aus Ko.

Die Herstellung von K<sub>2</sub> aus K soll im Labor nachgeprüft werden.



Um Ueberhitzungen zu vermeiden und eventuelle Explosionswirkungen möglichst gering zu halten, wurden nur je 89 g Kaliumchlorat verarbeitet. Aus 19 solcher Ansätze wurden unter Verbrauch von ca. 1 700 g Chlorat, 1 400 g Oxalsäure und 500 g Natriumsuperoxyd 1 225 g Chlorit gewonnen. Das Produkt enthielt 85,4 %  $\text{NaClO}_2$  und war frei von  $\text{SO}_4^{--}$  und  $\text{ClO}^{\cdot}$ . Die Ausbeute betrug 74,2 %.

#### V. Potentiometrische Arbeiten.

Die von Firma Lautenschläger, München, neu gelieferten Mess-Apparaturen (Jonometer mit Wasserstoff- und Glas-Elektroden) wurden in Gang gebracht, einige Interessenten in Abteilung 51 mit der Handhabung vertraut gemacht.

Es wurden folgende  $p_{\text{H}}$ -Messungen durchgeführt :

Netzmittel (Frl. Gieseking, H. Hirth, Z. Ziehr, Dipl. Ing. Bauch),  $P_3$ -sinnfent (für  $P_3$ -Labor), Phosphate (v. Dr. Heinerth), Glycerin-Ersatzlösungen nach Ohwala (f. Dr. Alfeld), Enzym-Lösungen (f. Dr. Damm), Chlorkalk, Sil (Dr. Sinner).

In einer längeren Untersuchung wurde die potentiometrische Analyse von Ameisen-, Essig- und Propion-Säure nebeneinander versucht (für Dr. Salkmann). Hierbei zeigte sich, dass die Dissoziation dieser 3 Säuren sich zu wenig unterscheidet, sodass bei der Neutralisation die Titrationskurven keine Kniepunkte (Potential-Sprünge) zeigen.

Eine systematische Messung der  $p_{\text{H}}$ -Werte unserer Fedrei-Produkte in verschiedenen Konzentrationen ist beabsichtigt.

#### VI. Patent-Bearbeitung.

A.P. 2 211 753/34 von Ford Company (Soderberg).

"Verfahren zur Herstellung von Alkalisilikaten."

In Zusammenhang mit unseren Versuchen zur Herstellung von Ortho-Silikaten und anderen Silikaten mit Alkaliüberschuss wurde eine eingehende Bearbeitung der vorliegenden Patentliteratur vorgenommen (siehe Aktennotiz vom 14.2.1941 und

Bericht von 16. Mai 1941.)

DRP. Ann. H 160 155 von Dr. Th. Hesse (16.7.1939).

" Verfahren zur Ueberwachung des Verseifungs- und Neutralisations-Vorganges bei der Herstellung von Seifen."

Nach der Zurückweisung unseres Einspruchs O 328 ( vom 9.10. 1940) durch das Patentamt, wurde zur Unterstützung der nun eingereichten Beschwerde das neuheitsschädliche Material aus der Literatur zusammengestellt ( siehe Aktennotiz vom 6.6.1941).

DRP. Ann. Sch 112 060 v. H. Schmidt( unsere Akten. D 495 ).

" Verfahren zur Reinigung von Lösungen, die zur Herstellung von Ferverbindungen dienen (durch Reinigungs-Elektrolyse )" "

Hiergegen liegen Einspruchsdrohungen von Pietsch und der Kali-Chemie vor. Bei einer Besprechung wurde dargelegt, dass die Anmeldung für uns in Hinblick auf die spätere Verwendung von Elektrolyten aus Pietsch-Bädern (ohne getrennte Elektrodenräume ) zur Schmidt'schen Destillation Wert bekommen könnte. Die von den Einsprechenden angegebenen Literaturstellen sind nicht sehr schwerwiegend, wohl aber eine alte Patent-Anmeldung des Consortiums (DRP. 217 538 v. Jahre 1905).

Es wurde daher beschlossen, an Pietsch eine Freilizenz zu geben, den Einspruch der Kali-Chemie dagegen durch das amtliche Verfahren erledigen zu lassen. (siehe auch Aktennotiz von Dr. Rae. vom 19.6.1941).

Vorschlag für eine Neuanmeldung :

"Herstellung von Triphosphat-Aetnatron-Mischungen".

Eaehen die bisher übliche Herstellung von VR 122 aus 70 % NaOH + 30 %  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  durch Verwendung von  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$  betrieblich verbessert wird, sollte untersucht werden, ob hierauf ein patentfähiges Verfahren begründet werden kann ( siehe Aktennotiz Dr. Woldes vom 27.6.1941).

Nach Rücksprache mit Herrn Dr. Eben ( am 28.6.1941 ) kann aus den vorläufigen Versuchsergebnissen und Reaktionsbedingungen kein erfinderisches Merkmal gesehen werden, da der erzielte, ohne Zweifel grosse technische Vorteil vom Fachmann voraussesehen war. Ausserdem erscheint es durch die A.P. 2 204 364 ( von Du Pont ) "Herstellung von blättrigem Trinatriumphosphathydrat " vorweggenommen.

REEL NO 281-J

End of Item

No

111