

Chemische Durcharbeitung des Prozesses.

Rohmaterialien. Die Rohmaterialien zur Fabrikation von Kaliumchlorat sind außer Wasser und Kohle nur Kalk, Chlorgas und Chlorkalium; — wenigstens so lange es sich blofs um das bisher beschriebene Verfahren handelt.

Zum Beschicken der Oktagons nahm man in der Fabrik der Herren James Muspratt & Sons in Widnes Brunnenwasser oder Kanalwasser oder Wasser aus der Peckshill-Wasserleitung.

Wasser. Ein Muster des Brunnenwassers, im April 1874 gezogen, nachdem seit einiger Zeit nicht gepumpt worden war, enthielt im Liter:

0,210 g Ca CO_3
0,220 g Na Cl
0,160 g Mg SO_4
Spuren von Fe^2O_3 , Na^2CO_3 und organ. Substanz
0,590 g.

Nachdem einige Zeit gepumpt und das Wasser milchig geworden war:

0,224 g Ca CO_3
0,106 g Na Cl
0,153 g Mg SO_4
0,005 g Na^2CO_3
Spuren von Fe^2O_3 , organ. Substanz und Schwefel
0,488 g.

Das Wasser aus dem St. Helens-Kanal enthielt in einem Durchschnittsmuster, welches während der Zeit vom 24. November 1877 bis 3. Januar 1878 gezogen worden war, pro 1 Liter:

In Suspension:	0,010 g	faulendes Holz u. Humus
	0,022 g	Sand u. Thon
	0,015 g	Fe ² O ³
	0,002 g	Al ² O ³
in Lösung:	0,003 g	Al ² O ³
	0,012 g	Si O ²
	0,113 g	SO ³
	0,005 g	CO ²
	0,153 g	Cl
	0,091 g	Ca O
	0,030 g	Mg O
	0,014 g	K ² O
	0,063 g	Na ² O
	<hr/>	
	0,533 g.	

Das Wasser war neutral gegen Lakmuskinktur, und enthielt weder Sulphide noch Kupfer. Ob Ammoniak zugegen war, wurde nicht ermittelt.

Das Peckshill-Wasser, welches zum Auflösen der Rohkrystalle und zum Waschen der reinen Krystalle benutzt wurde, enthielt in 1 Liter:

Im April 1874:	0,074 g	Ca CO ³
	0,028 g	Na Cl
	0,012 g	Mg SO ⁴
	<hr/>	
	0,116 g.	

Im März 1876: 0,027 g Na Cl, und nach einer zweiten Bestimmung: 0,028 g Na Cl.

Die angewendete Feuerungskohle aus dem Lancshiredistrikt hinterließ 7 bis 14 % Asche bei vollständiger Verbrennung und variierte 1874 — 1876 im Preise von 5 bis 10 Mark pro Ton. Kohle.

Ein Muster enthielt:

Feuchtigkeit	= 4,6 %
Gas	= 30,3 -
Fixer Kohlenstoff	= 52,4 -
Schwefel	= 1,3 -
Asche	= 11,4 -
	<hr/>
	100,0 %

Die aus den Feuerungen ausgeräumte Asche enthielt noch 10 bis 40 % unverbrannte Kohle.

Von den benutzten Kalksorten sollen hier bloß drei angeführt werden, welche folgende Analysen ergaben: Kalk.

Bestandteile	Trowbarrow-Kalk Juni 1875	Silverdale-Kalk Dezember 1877	Buxton-Kalk (Hoffmann's Ring-Ofen) Dezember 1877
Feuchtigkeit . . .	0,555 %	0,176 %	2,868 %
Sand und Thon . . .	0,080 -	0,260 -	0,383 -
Al ² O ³	0,650 -	0,187 -	0,103 -
Fe ² O ³		0,473 -	0,153 -
Fe O	—	—	—
Fe S	0,143 -	0,204 -	0,013 -
Fe ² S ³	—	0,145 -	0,093 -
Mn ² O ³	0,220 -	0,130 -	0,250 -
Ca ² SiO ⁴	nicht bestimmt	4,495 -	1,548 -
Ca SO ⁴ u. Ca SO ³	0,595 -	0,213 -	0,222 -
Ca CO ³	3,840 -	2,378 -	1,708 -
Ca O	93,077 - *	90,182 -	91,856 -
Mg O	0,840 -	0,575 -	0,083 -
	100,000 %	99,416 %	99,280 %

Der gebrannte Kalk wechselte im Preise von 9 bis 12 Mark pro Ton. Mit Vorliebe wandte man den Buxton-Kalk an.

Das Pulver von gelöschtem Kalk, wie es in die Oktagons eingetragen wurde, enthielt nach einer Analyse vom Juli 1875:

- 67,45 % Ca O durch Differenz,
 - 3,29 - Ca CO³
 - 27,76 - H²O (etwa 3,44 % mehr, als der Formel H²CaO² entspricht),
 - 1,50 - Verunreinigungen angenommen.
- 100,00 %.

Von derartigem Kalkmehl gebrauchte man 700 bis 800 kg zur Beschickung eines Oktagons und erhielt dadurch etwa 6800 Liter Kalkmilch von 15 bis 16^o Twaddel.

Chlor. Das Weldon'sche Chlorgas bot entsprechend den Phasen des Abtreibens eines Entwicklers naturgemäfs sehr große Schwan-

*) Durch Differenz.

kungen in seinem Chlorgehalt, von 0 schnell aufsteigend bis zu 70 bis 95 vol. %, und dann wieder langsam abnehmend bis zu Spuren. Aber im Mittel durfte man wohl einen Gehalt von etwa 25 vol. % annehmen.

Dem Mutterlaugenchlorgas konnte man denselben Durchschnittsgehalt beimessen. Aber während jenes außer durch atmosphärische Luft und Wasserdampf noch durch Kohlensäure verunreinigt war, zeitweise bis zu vielleicht 1½ vol. %, war dieses nur durch atmosphärische Luft und Wasserdampf verdünnt.

Das Hurter-Deacon'sche Chlorgas enthielt immer zwischen 3 und 11 vol. % Chlor. Der Rest des Gases bestand aus atmosphärischer Luft mit einer gewissen Menge Stickstoff, Wasserdampf und einer Spur Kohlensäure, bis 0,5 vol. % gemischt. Dieser Chlorgehalt war bereits hinreichend, um dem Gase im durchgehenden Lichte eine grüne Farbe zu verleihen. Nach Angaben aus anderen Fabriken konnte der Chlorgehalt bis zu 15 vol. % steigen. Außerdem konnte das Chlorgas von allen 3 Quellen eine Spur Salzsäure enthalten.

Das verbrauchte Chlorkalium stammte fast ausschließlich ^{Chlorkalium.} aus Stafsfurt und enthielt gewöhnlich zwischen 90 und 93 % K Cl. Doch wurde auch mitunter Marinesalz verwendet. Aus der großen Zahl der vorliegenden Analysen sollen hier nur einige angeführt werden:

Chlorkalium von	Stafsfurt März 1872	Seesalz Januar 1874	512 Sack Stafsfurt April 1874	943 Sack Stafsfurt Juli 1874
Wassergehalt . . .	4,25 %	3,90 %	1,23 %	3,060 %
Bituminöse Substanz	—	—	—	0,030 -
Sand und Thon . . .	—	—	0,09 %	} 0,134 -
Fe ² O ³	—	—	—	
K Cl	89,23 %	86,72 %	91,72 %	92,080 -
K ² SO ⁴	—	5,25 -	0,09 -	0,292 -
Na Cl	1,10 %	3,56 -	5,63 -	2,980 -
Na ² SO ⁴	3,94 -	—	—	—
Mg Cl ²	—	—	—	0,204 %
	98,52 %	99,43 %	98,76 %	98,780 %

NB. Ein Sack Chlorkalium wog ungefähr 100 kg.

Chlorkalium	220 Sack	635 Sack	Zwei Muster von 635 Sack	
	Stafsfurt Juli 1874	Stafsfurt Oktbr. 1874	Stafsfurt I. Oktbr. 1874	Stafsfurt II. Oktbr. 1874
Wassergehalt . . .	2,285 %	4,260 %	3,620 %	4,720 %
Bituminöse Substanz	0,042 -	0,060 -	0,040 -	0,060 -
Sand und Thon . . .	0,084 -	0,170 -	0,144 -	0,166 -
Fe ² O ³	0,040 -			
Al ² O ³	—	0,471 -	—	—
Al ² S ³ O ¹²	0,100 -	0,297 -	0,100 -	0,127 -
Fe SO ⁴	0,021 -	Na ² SO ⁴	0,249 -	0,453 -
K ² SO ⁴	0,093 -			
K Cl	93,272 -	93,010 %	92,280 -	90,230 -
Ca Cl ²	0,089 -	0,274 -	0,175 -	0,264 -
Mg Cl ²	0,385 -	0,790 -	0,450 -	0,638 -
Na Cl	2,533 -	0,584 -	2,411 -	2,815 -
	98,044 %	99,916 %	99,469 %	99,473 %

Chlorkalium	6000 kg	Stafsfurt	622 Sack	970 Sack
	Seesalz April 1875	April 1875	Stafsfurt Novbr. 1875	Stafsfurt Novbr. 1875
Wassergehalt . . .	3,683 %	1,376 %	2,608 %	2,176 %
bituminöse Substanz	—	0,050 -	0,180 -	0,140 -
Sand und Thon . . .	0,061 -	0,417 -		
Fe ² O ³			0,050 -	0,060 -
Al ² O ³	0,157 -	0,334 -		
Al ² S ³ O ¹²			—	0,112 -
Na ² SO ⁴	0,050 -	—		
Na ² SO ³			0,035 -	—
Na ² S ² O ³	5,847 -	0,643 -		
K ² SO ⁴			86,475 -	88,586 -
K Cl	0,056 -	0,427 -		
Ca Cl ²			0,012 -	0,246 -
Mg Cl ²	2,955 -	7,908 -		
Na Cl			99,376 %	99,987 %

Um in diese vielgestaltigen Analysen zum Zwecke der schnelleren Vergleichung mehr Einförmigkeit zu bringen, wurde seit

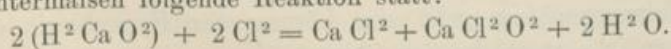
1876 das Eisen, Aluminium, Calcium, Magnesium und Natrium nicht mehr bestimmt. Alle vorhandene Schwefelsäure wurde als Natriumsulfat, alles Kalium als Chlorkalium angenommen. Der Überschufs der gefundenen Chlormenge über die im Chlorkalium angesetzte, wurde als Chlornatrium berechnet.

Chlorkalium	521 Sack Staßfurt November 1876	706 Sack Staßfurt Januar 1877	489 Sack Staßfurt Mai 1877	1045 Sack Staßfurt Juli 1877	1008 Sack Staßfurt Septemb. 1877
Wassergehalt	1,391 %	4,120 %	1,891 %	1,680 %	3,099 %
Unlösliches	0,222 -	0,106 -	0,374 -	0,197 -	0,296 -
K Cl	89,650 -	92,068 -	91,674 -	92,930 -	92,817 -
Na ² SO ⁴	0,262 -	— *	0,754 -	0,411 -	0,692 -
Na Cl	8,450 -	3,844 -	5,428 -	4,737 -	2,775 -
K ² SO ⁴	—	0,160 -*	—	—	—
	99,975 %	100,298 %	100,121 %	99,955 %	99,679 %

Außer diesen angeführten Rohmaterialien wurden bei dem beschriebenen Verfahren keine weiteren benutzt. Nur konnte man, da das Chlor selbst an Ort und Stelle erzeugt wurde, auf die Salzsäure, aus der es herstammte, als Rohmaterial zurückgreifen, und ebenso auch die Rohmaterialien des Weldon- und des Hurter-Deacon'schen Prozesses: Manganerz, Kalkstein, Kupfer, Thon, Kochsalz und Schwefelsäure und damit in letzter Instanz Schwefelkies, Chilisalpeter und atmosphärische Luft als Rohmaterialien der Chloratfabrikation betrachten.

Um aber den engbegrenzten Rahmen dieser Fabrikation nicht zu überschreiten, soll später, bei der Erörterung der ökonomischen und kommerziellen Seite des Prozesses nur noch die Salzsäure und das Manganerz berücksichtigt werden.

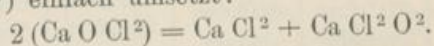
Wenn man Chlor auf Kalkmilch einwirken läßt, so wird das selbe begierig absorbiert. Läßt man die Flüssigkeit hinreichend verdünnt und vermindert jede Temperaturerhöhung, so findet anerkanntermassen folgende Reaktion statt:



*) In diesem Falle mußte eine Ausnahme von der Regel gemacht werden, weil dieselbe offenbar zu einem gar zu falschen Resultat geführt hätte.

Die Kalkmilch, soweit sie an der Reaktion teilnimmt, geht dabei in die sogenannte Bleichflüssigkeit über, welche aufzufassen ist als eine Lösung von unterchlorigsaurem Kalk (Hypochlorit) und Chlorcalcium in dem molekularen Verhältnis von 1 : 1.

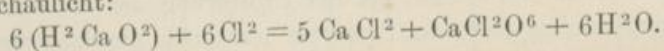
Dieselbe Lösung erhält man auch, wenn man Chlorkalk mit kaltem Wasser behandelt, indem sich die charakteristische Chlorkalkverbindung*) einfach umsetzt:



Wie nun diese Chlorkalklösung häufig eine kleine Menge Chlorat enthält, so haben aufmerksame Fabrikanten von Bleichflüssigkeit, wie z. B. Kuhlmann in Lille, gefunden, daß sich trotz aller Vorsicht eine Bildung von Chlorat nicht absolut vermeiden läßt. Die Bleichflüssigkeit in der Konzentration, wie sie verlangt wird, enthält immer kleine Mengen bis Spuren von chlorsaurem Kalk. Und das bedeutet einen Chlorverlust, da die letztere Verbindung keine bleichenden Eigenschaften besitzt und daher auch nicht bezahlt wird.

Fährt man mit der Einwirkung des Chlors auf die Bleichflüssigkeit und die noch freie Kalkmilch fort, so nimmt nach und nach aller vorhandene Ätzkalk an der Reaktion teil, indem sich die Menge des Chlorats vergrößert und die des Hypochlorits verkleinert. Gleichzeitig kann sich die Temperatur bis zum Kochen steigern, wodurch der letzte Rest des Hypochlorits zerstört wird. Aber hierbei findet dann eine sekundäre Reaktion statt, die es in der Fabrikation verbietet, die Temperatur höher als bis 40 oder 50° C. steigen zu lassen.

Die Chloratentstehung wird durch folgende bekannte Formel veranschaulicht:



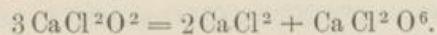
Es wirken also hier dieselben relativen Mengen von Chlor und Ätzkalk auf einander ein, wie bei der Erzeugung der Bleichflüssigkeit, nur erhält man jetzt eine Lösung von Chlorcalcium und Calciumchlorat in dem molekularen Mengenverhältnis von 5 : 1. Dies ist das günstigste Verhältnis, unter dem man Chlorat darstellen kann.

Erfahrungsmäßig geht eine Lösung von Hypochlorit durch Erwärmen in eine solche von Chlorat über, vollständig allerdings

*) Lunge, Sodaindustrie; Odling, Handbuch der Chemie; Hurter, Dingler's Journ. CCXXIII, 77 und 428.

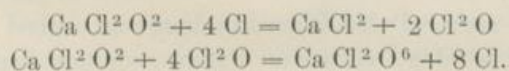
Chlorat-
bildung.

erst durch längeres Kochen. Man kann sich die Umsetzung folgendermaßen vorstellen¹⁾:



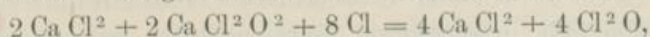
Da nun in der Bleichflüssigkeit neben den $3 \text{CaCl}^2\text{O}^2$ unvermeidlich 3CaCl^2 enthalten sind, so entsteht die Chloratlösung von $5 \text{CaCl}^2 + \text{CaCl}^2\text{O}^6$. Aber ganz so einfach ist der Vorgang in Wirklichkeit nicht.

Um die Überführung des Hypochlorits in Chlorat ohne Temperaturerhöhung bloß durch weitere Einwirkung des Chlors zu erklären, hat man²⁾ das Anhydrid der unterchlorigen Säure zu Hilfe genommen:



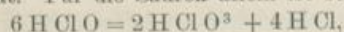
Ob aber diese Reaktionen wirklich stattfinden, ist nicht festgestellt. Möglich sind dieselben, denn es ereigneten sich mitunter dumpfe Detonationen in den Oktagonen, welche die Flüssigkeit aus den Mannlöchern herausschleuderten und daher auf das Vorkommen freier Oxydationsstufen des Chlors schließen ließen.

Auffallend ist jedenfalls der Geruch des Gases, welches aus dem letzten Oktagon und auch aus den Mannlöchern der übrigen, also aus der Flüssigkeit selbst, entweicht. Dasselbe riecht nämlich nicht nach reinem Chlor, sondern mehr nach unterchloriger Säure oder nach anderen Oxydationsstufen des Chlors. Aber auch angenommen, daß dieser Vorgang wirklich stattfände, so würde dasselbe immer nur das Verhältnis von $\text{CaCl}^2 : \text{CaCl}^2\text{O}^6$ wie 5 : 1 ergeben. Denn verdoppelt man die erste Formel und fügt die unvermeidliche Menge Chlorcalcium hinzu, so hat man:

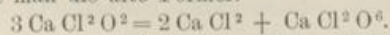


reagiert nun die unterchlorige Säure auf ein neues Molekül Hypo-

¹⁾ Dr. Hurter giebt bei Gelegenheit einer Untersuchung über Elektrolyse von Chlormagnesium folgende Erklärung für die Umwandlung des Hypochlorits in Chlorat. Für die Säuren allein ist seine Formel:



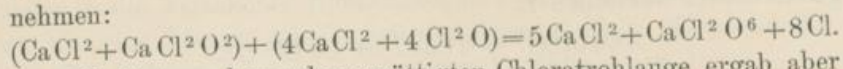
wobei sich die freie Salzsäure sofort mit der überschüssig vorhandenen Basis verbindet. Setzt man in dieser Formel aber für die Säuren die betreffenden Kalksalze, so erhält man die alte Formel:



(Journal of the Soc. of Chem. Ind. 1887 p. 339; auch Chem. Ind. 1888 p. 28.)

²⁾ Lunge, Sodaindustrie III, p. 304.

chlorit, so muß man auch dessen Begleiter: 1 Mol. Ca Cl^2 , hinzunehmen:



Sauerstoff-
verlust.

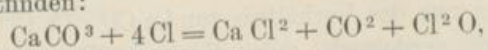
Die Untersuchung der gesättigten Chloratrolauge ergab aber fast stets ein größeres Verhältnis. Durchschnittlich enthielt dieselbe 5,5 Mol. Ca Cl^2 auf je 1 Mol. $\text{Ca Cl}^2 \text{ O}^6$. War die Sättigungstemperatur eine hohe gewesen, d. h. über 40°C ., so fand man auch die Verhältnisse 6 : 1 und 7 : 1, ja in einem Falle, als durch Nachlässigkeit des Aufsehers die Temperatur der Flüssigkeit in einem Oktagon unter starkem Schaumauswurf aus dem Mannloche, bis nahe zum Kochen gestiegen war, wurde die Proportion 8 : 1 gefunden.

Es muß also bei der Chloratbildung auf irgend eine Weise Sauerstoff frei werden: entweder durch spontane Zersetzung des anfänglich sich bildenden unterchlorigsauen Kalkes infolge der Erhitzung während der weiteren Einwirkung des Chlors oder durch gegenseitige Reduktion des unterchlorigsauen oder auch chlorsauren Kalkes und des übermangansauen Kalkes, der sich in jeder nahezu gesättigten Chloratlauge vorfindet.

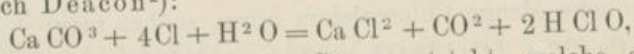
Kohlensäure.

Die kleine Menge Kohlensäure, welche das Weldon'sche Chlorgas mit sich führt, könnte wohl zu einer Sauerstoffbildung, aber zu keiner wesentlichen Änderung der Proportion 5 : 1 Veranlassung geben.

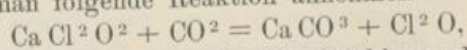
Denn angenommen, die Kohlensäure werde durch den vorhandenen Ätzkalk absorbiert, so kann nach Göpner¹⁾ folgende Reaktion stattfinden:



oder nach Deacon²⁾:



so daß also freie unterchlorige Säure entsteht, welche sich mit dem vorhandenen freien Ätzkalk zu Hypochlorit verbinden kann. Ferner kann man folgende Reaktion annehmen:



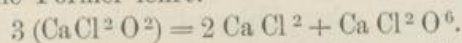
wobei man links und rechts noch 1 Ca Cl^2 hinzuzudenken hat. Es können nun zwei Fälle eintreten: Das $\text{Cl}^2 \text{ O}$ könnte auf Ätzkalk oder auf Hypochlorit einwirken und Hypochlorit resp. Chlorat ergeben, ohne das Verhältnis 5 : 1 zu ändern; — oder das $\text{Cl}^2 \text{ O}$ könnte sich zersetzen in Chlor und Sauerstoff, dann würde auf je

¹⁾ Dingl. Journ. CCIX, 204, Wagner's Jahresbericht 1873, 275.

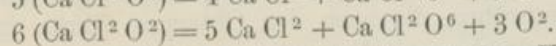
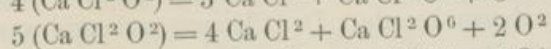
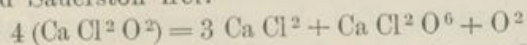
²⁾ Engl. Patent vom 7. November 1872.

1 Atm. Sauerstoff allerdings 1 Mol. CaCl_2 in der Flüssigkeit zurückbleiben, also das Verhältnis vergrößern. Diese Vergrößerung ist aber offenbar so klein, daß sie innerhalb der Grenzen der Beobachtungsfehler liegt. Denn die Chloratlauge, welche mit Hurter-Deacon'schem Gase hergestellt wurde, das ebenfalls kleine Mengen von Kohlensäure enthielt, zeigte meistens eine etwas günstigere Proportion, was aber nur dem Umstande zuzuschreiben war, daß die Sättigung bei niedrigerer Temperatur erfolgte, etwa bei 25 bis höchstens 30°C . Die Chloratlauge endlich, welche mit dem Gase des Mutterlaugenentwicklers erzeugt wurde, welches gänzlich frei von Kohlensäure war, ergab Proportionen, die sich in denselben Grenzen bewegten, wie die Proportionen, welche in der Weldon-Chloratlauge gefunden wurden.

Die Quelle, aus welcher der Sauerstoffverlust her stammt, muß also eine bedeutend ergiebigere sein. Man hat versucht, die Frage auf folgende Weise zu lösen: Die kleinste Anzahl von Molekülen Hypochlorit, welche 1 Mol. Chlorat geben können, ist drei, wie die Formel lehrt:



Fasst man aber eine größere Anzahl von Molekülen zusammen, so wird Sauerstoff frei:



Rechnet man nun links und rechts die mit dem Hypochlorit gleichzeitig entstandenen Mengen von CaCl_2 hinzu, nämlich 3, 4, 5, 6 CaCl_2 , so erhält man rechts die Proportionen 5 : 1, 7 : 1, 9 : 1, 11 : 1.

Wenn derartige Reaktionen — wenn auch nur partiell — stattfänden, so würden sie das regelmäße Vorkommen höherer Proportionen als 5 : 1 vollauf erklären. Aber man müßte dann auch den entweichenden Sauerstoff nachweisen können. Und dies ist in der That durch Versuche im April und Mai 1878 gelungen.

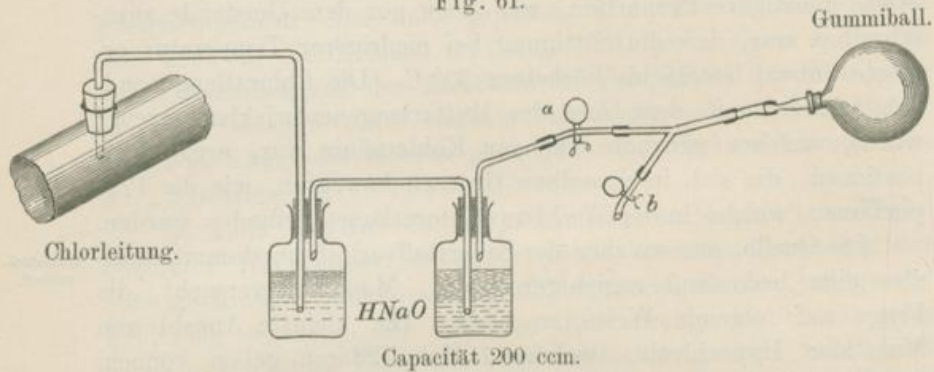
Die Untersuchung der Gase innerhalb der Oktavons, in dem Raum zwischen Flüssigkeitsoberfläche und Deckel allein genügte aber nicht. Denn da man in den Weldon'schen Chlorentwicklern einen bis dahin noch nicht aufgeklärten Verlust von ca. 25 % der theoretisch erwarteten Chlormenge erlitt, so lag die Vermutung nahe, daß derselbe wenigstens zum Teil durch Bildung von Sauerstoff hervorgebracht würde. Man mußte also auch zu

Sauerstoff-
verlust.

Versuche.

Weldon-Gas. gleich den Sauerstoffgehalt des Weldon'schen Chlorgases ermitteln. Hierzu diente der Apparat Fig. 61. Die beiden Absorptionsflaschen hatten jede etwa 200 cem Inhalt und waren mit Natronlauge beschickt. Der Kautschukball wurde durch den Hahn *b* möglichst luftleer gemacht und diente dann als Aspirator.

Fig. 61.

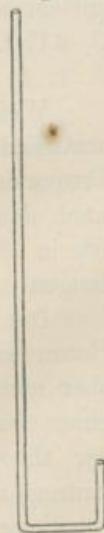


Chlor-entwickler. Da ein Weldon'scher Chlorentwickler in $4\frac{1}{2}$ Stunden abgetrieben wurde, so wurde das Gasmuster $1\frac{1}{2}$ bis 2 Stunden nach Beginn der Chlorentwickelung gezogen, also zu einer Zeit, da man den größten Teil der atmosphärischen Luft als ausgetrieben annehmen konnte. Das Chlorgas gelangte aus der großen Chlorleitungsröhre, die nach den Oktagons führte, in die beiden Absorptionsflaschen mit Natronlauge und liefs das Gasresiduum durch den geöffneten Quetschhahn *a* in den Gummiball eintreten. Derselbe füllte sich sehr langsam, wurde durch den Quetschhahn *b* entleert und nochmals gefüllt. Das jetzt im Gummiball enthaltene Gas wurde mit Orsat's Apparat von den letzten Spuren von Chlor und Kohlensäure befreit und dann auf Sauerstoff untersucht. Die Analyse ergab:

42,28 vol. % O
57,72 - - N
100,00 vol.

Die Chlorleitung, von welcher das Muster gezogen war, führte das Gas in No. 5 Weldon-Oktagon, dessen Kalkmilch bereits nahezu mit Chlor gesättigt war. Die Flüssigkeit hatte schon die charakteristische rosa Färbung von übermangansaurem Kalk und warf starken Schaum auf. Mit Hülfe eines Glasrohrs von der Form Fig. 62,

Fig. 62.



welches durch den Flüssigkeitsverschluss des Mannloches mit dem kürzeren Schenkel in den Gasraum des Oktagons gesteckt wurde, wurde mit einem anderen Gummiball ein Muster des eingeschlossenen Gases gezogen und ebenfalls in Orsat's Apparat analysiert. Dasselbe enthielt:

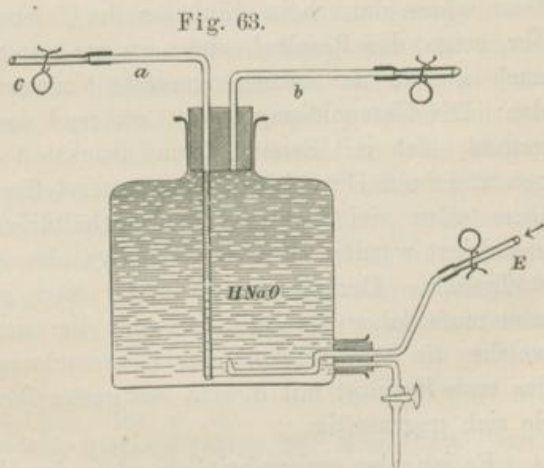
66,31 vol % Cl u. CO ²
17,90 - - O
15,79 - - N
100,00 vol.

Oder das der ersten Probe entsprechende Gasresiduum bestand aus:

53,13 vol. % O
46,87 - - N
100,00 vol.

Dieser unerwartet hohe Sauerstoffgehalt beweist, daß während der Sättigung von Kalkmilch mit Chlor Reaktionen stattfinden, durch welche Sauerstoff in Freiheit gesetzt wird. Nur ist die Größe dieser Zunahme des Sauerstoffgehalts unsicher, weil die erste Gasprobe einem Zweifel ausgesetzt ist. Man kann nämlich einwenden, daß in den Absorptionsflaschen Sauerstoff frei geworden sein könne. Diese Möglichkeit ist allerdings vorhanden, da sich namentlich die erste Flasche etwas erwärmte; die Musternahme wurde daher auch schon nach zweimaliger Füllung des Gummiballes beendet. Aber wenn das Entwickelergas nicht wirklich 42 vol. % Sauerstoff

enthielt, sondern weniger, so würde die im Oktagon entstehende Sauerstoffmenge um so größer sein. Dieser Einwand zeigt die Schwierigkeit der Untersuchung. Um denselben zu beseitigen, wurde ein anderer Apparat gewählt: Eine Glasflasche von etwa 12 Liter Inhalt, Fig. 63,



Capacität 12 l.

wurde mit frisch bereiteter und abgekühlter Natronlauge vollständig angefüllt. Sie diente zu gleicher Zeit als Absorptionsflasche, Aspirator und Recipient für das Gasresiduum. Die letzte Luftblase wurde entfernt durch Aufsaugen der Lauge in die lange Röhre *a* und Eindrücken des Gummistopfens unter gleichzeitigem Öffnen des Quetschhahnes auf *b*. Das Chlorgas trat durch *E* ein und durch eine feine Öffnung in die kaustische Lauge. Das Gasresiduum sammelte sich in dem oberen Teil der Flasche.

Ein auf diese Weise gezogenes Muster des nicht absorbierbaren Gasrestes in dem Chlorgase eines Weldon'schen Entwicklers während der letzten Stunde der Arbeit des Abtreibens wurde mit Hilfe der Röhre *a* unter hydrostatischem Druck versetzt und von *b* nach dem Orsat-Apparat geleitet. Die Analyse ergab:

42,0 vol % O
58,0 - - N
<hr/>
100,0 vol.

Da bei diesem Versuch keine Erwärmung stattfand, und die Absorption stets bei sehr grossem Überschufs von Ätznatron stattfand, so konnte man eine sekundäre Bildung von Sauerstoff wohl für ausgeschlossen erachten. Dagegen konnte man einwenden, dafs das Wasser, welches als Lösungsmittel für das Ätznatron diente, Sauerstoff und Stickstoff aus der atmosphärischen Luft absorbiert enthalten hätte oder während des Abkühlens der Lösung absorbiert hätte, und zwar entsprechend den Absorptionskoeffizienten beider Gase mehr Sauerstoff als Stickstoff. Diese Gase wären dann beim Einleiten des Chlors ausgetrieben, und daher zeige das Resultat einen zu grosen Sauerstoffgehalt. Aber auch gerade der entgegengesetzte Vorwurf konnte erhoben werden: Die Natronlösung hätte während des Abkühlens nicht Zeit gehabt, sich mit Sauerstoff und Stickstoff aus der Luft zu sättigen und beim Durchleiten eines sauerstoffreichen Gemenges beider Gase wäre viel Sauerstoff und verhältnismäfsig wenig Stickstoff absorbiert worden, das Resultat zeige also einen zu kleinen Sauerstoffgehalt. Dergleichen Einwürfe sind schwer zu widerlegen; man mufs daher das Resultat mit aller der Vorsicht aufnehmen, welche die Schwierigkeit der Untersuchung erheischt. Da aber das erste Resultat mit diesem fast genau übereinstimmt, so stützen sie sich gegenseitig.

Es ist also wahrscheinlich, dafs das Weldon'sche Chlorgas mit einem nicht absorbierbaren Gasrest behaftet in die Oktagons

eintritt, welcher 42 vol. % Sauerstoff und 58 vol. % Stickstoff enthält. Wo dieser Sauerstoff herkommt, ob er in den Weldon-entwicklern durch noch nicht aufgeklärte Reaktionen entsteht, oder ob er durch das Speisewasser der Dampfkessel mit dem Dampf erst den Chlorentwicklern zugeführt wird, ist eine Frage, die bei der Untersuchung des Weldon-Prozesses ihrer Lösung harrt.

Speisewasser.

Nach M. Müller¹⁾ absorbiert destilliertes Wasser beim Abkühlen an freier Luft 0,79 vol. % Gas, nämlich:

0,040 vol. % CO ²	oder 5,0 vol. % CO ²
0,236 - - O	29,9 - - O
0,514 - - N	65,1 - - N
0,790 vol. % Gas	100,0 vol. % Gas.

Die Absorptionskoeffizienten von Sauerstoff und Stickstoff in Wasser sind nach Bunsen folgende²⁾:

Sauerstoff = 0,04114 bei 0° C. u. 760 mm Bar.,

Stickstoff = 0,02035 - - - - -

Würde also ein bei 0° C. mit den Bestandteilen der atmosphärischen Luft gesättigtes Wasser zum Speisen der Weldonkessel benutzt werden, so würde der Dampf außer etwa vorhandener atmosphärischer Luft einen Gasrest von folgender Zusammensetzung enthalten:

41,14 vol. O	66,90 vol. % O
20,35 - N	33,10 - - N
61,49 vol.	100,00 vol. %.

Hieraus würden sich die gefundenen Resultate zwanglos erklären, man brauchte nur noch eine Beimischung von Luft anzunehmen. Wenn man aber bedenkt, daß das Speisewasser in vielen Fällen vorgewärmt wird und dabei einen großen Teil der aufgelösten Gase verliert, so bleibt noch Raum für eine anderweitige, allerdings bis jetzt noch nicht gefundene Erklärung übrig.

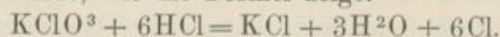
Zum Vergleiche wurde auch das Gas untersucht, welches in dem Mutterlaugenchlorentwickler erzeugt wurde. Die Mutterlauge der Chloratfabrikation enthielt 25 bis 35 g Kaliumchlorat im Liter und bot den Vorteil, daß bei der Zersetzung mit Salzsäure nicht

Mutterlaugenchlorentwicklergas.

¹⁾ Journ. f. praktische Chem. 1887 p. 320.

²⁾ Bunsen, Gasometrische Methoden 1857, p. 298. Ann. Chem. Pharm. 93, 1; Fortschritte der Physik 1855, 172. Oder auch Fehlings Handwörterbuch der Chemie.

wie beim Weldon-Schlamm blofs die Hälfte, sondern die ganze Menge des in der Salzsäure enthaltenen Chlors als freies Chlorgas erhalten wurde, wie die Formel zeigt:



Die Arbeit eines Mutterlaugenentwicklers dauerte 24 bis 30 Stunden, und während der ganzen Zeit wurde Dampf eingeblasen. Ein Gasmuster, direkt mit einem Gummiball aus demselben entnommen, nachdem die Chlorentwicklung bereits 15 Stunden gedauert hatte und der Entwickler zu $\frac{2}{3}$ gefüllt war, ergab nach Absorption des Chlors im Orsat-Apparat ein Gasresiduum von

27,46 vol. % O
72,54 - - N

100,00 vol. %.

Ein anderes Muster, eine Stunde nach Beginn der Chlorentwicklung, ebenfalls direkt mit einem Gummiball gezogen, ergab im Orsat-Apparat:

93,07 vol. % Cl
1,68 - - O
5,25 - - N durch Differenz.

100,00 vol. %.

Zur genaueren Analyse des kleinen Gasrestes wurde derselbe mit einer gemessenen Menge atmosphärischer Luft vermischt. Der Gasrest selbst bestand also aus:

24,3 vol. % O
75,7 - - N

100,0 vol. %.

Endlich wurde noch mit dem zuletzt beschriebenen Apparat, Fig. 63, während einer Stunde ein Muster gezogen, nachdem die Chlorentwicklung schon 12 Stunden gedauert hatte. Das Gasresiduum ergab in zwei Bestimmungen 22,27 und 22,09 vol. % Sauerstoff oder im Mittel:

22,18 vol. % O
77,82 - - N

100,00 vol. %.

Das Mutterlaugen-Chlorgas enthielt also nur wenig mehr Sauerstoff, als der Beimischung von atmosphärischer Luft entsprach. Die Bedingungen für Sauerstoffentstehung lagen hier also nicht so günstig, wie in den Weldon-Entwicklern. Chlor und Wasserdampf waren hier auch vorhanden, dagegen kein Mangan.

Das Hurter-Deacon'sche Chlorgas wurde nicht in dieser

Weise untersucht, weil dasselbe aufer atmosphärischer Luft noch einen Stickstoffrest enthielt.

In den Oktagons verhielt sich das Mutterlaugen-Gas genau wie das Weldon-Gas.

Ein Muster aus dem Gasraum des Mutterlaugen-Oktagons No. 6, welches noch vielen freien Kalk enthielt, aber doch schon leicht zu schäumen anfing, war fast chlorfrei und ergab:

30,0 vol. % O

70,0 - - N

100,0 vol. %.

Eine Manganfärbung der Flüssigkeit war noch nicht deutlich wahrnehmbar; das Chlor wurde fast vollständig absorbiert, und doch fand schon eine Entwicklung von Sauerstoff statt, die den Gehalt des Gases an Sauerstoff um ungefähr 6 vol. % erhöhte.

Ein Muster aus dem Gasraum des Weldon-Oktagons No. 3, welches mit einem starken Strome von Chlorgas gespeist wurde, — während des Einlaufens von Weldon-Schlamm in den Entwickler ergab folgende Analyse:

74,51 vol. % Cl u. CO²

12,35 - - O

13,14 - - N

100,00 vol. %.

Oder der Gasrest enthielt:

48,46 vol. % O

51,54 - - N

100,00 vol. %.

Die Flüssigkeit in diesem Oktagon hatte bereits 27° Tw. erreicht, enthielt aber noch eine gewisse Menge freien Ätzkalks. Die Sauerstoffzunahme im Gasresiduum betrug ebenfalls etwa 6 vol. %.

Schließlich ergab ein Gasmuster aus einem Mutterlaugen-oktagon mit nahezu gesättigter Lauge einen Rückstand von:

53,77 vol. % O

46,23 - - N

100,00 vol. %.

Also ein Gas von derselben Zusammensetzung wie desjenigen, welches in einem gesättigten Weldon-Oktagon gefunden wurde. Aber während die Sauerstoffzunahme dort nur etwa 11 vol. % betrug, enthielt dieser Gasrest hier nahezu 30 vol. % mehr Sauerstoff als der Gasrest des eintretenden Mutterlaugenchlorgases.

Um einen schnelleren Überblick über die Resultate dieser Versuchsreihe zu erlangen, sind für jeden einzelnen Fall die Sauerstoffvolumina berechnet, welche für je 100 vol. vom Entwicklergasresiduum innerhalb der Oktagons erzeugt worden sein mußten, um Oktagon-Gasreste von den gefundenen Zusammensetzungen zu geben.

Angenommen, die mittlere Zusammensetzung des Gasresiduums sei gewesen beim:

	Weldon-Gas:	Mutterlaugen-Gas:
Sauerstoff . . .	42 vol. %	24 vol. %
Stickstoff . . .	58 - -	76 - -
	100 vol. %	100 vol. %,

so waren erforderlich pro 100 vol. Entwicklergasrest:

Ort und Sättigungsgrad der Kalkmilch:	Volumina Sauerstoff	Um Oktagon-Gasreste zu liefern von folgendem Volumen und Zusammensetzung.		
		Volumina	vol. % O	vol. % N
Mutterlaugen-Oktagon mit noch vielem freiem Kalk	8,6	108,6	30,00	70,00
Weldon - Oktagon mit noch etwas freiem Kalk	12,5	112,5	48,46	51,54
Weldon- Oktagon, gesättigt	23,7	123,7	53,13	46,87
Mutterlaugen-Oktagon, nahezu gesättigt	64,4	164,4	53,77	46,23

Die Bildung des chlorsauren Kalks findet also statt unter gleichzeitiger Entbindung von Sauerstoff und es ist wahrscheinlich, daß dieselbe durch Reaktionen erfolgt, wie sie die oben S. 69 angeführten Formeln andeuten.

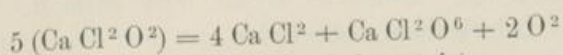
Gasrest.

Über die absoluten Mengen der Gasreste in den Entwickler- und Oktagongasen ist nichts ermittelt worden. Der Strom der aus den Oktagons unabsorbiert entweichenden Gase war zu unregelmäßig, um eine Geschwindigkeitsmessung lohnend erscheinen zu lassen. Den einzigen Anhalt bietet nur der in der Oktagonlauge gefundene Überschuss von Chlorealcium über das Verhältnis von $5 \text{ Ca Cl}^2 : 1 \text{ Ca Cl}^2 \text{ O}^6$.

Um eine ungefähre Vorstellung zu gewinnen über die Quantitäten, um welche es sich eventuell handeln könnte, sollen hier zwei willkürliche Annahmen gemacht werden:

1. Der Überschufs des Chlorecalciums sei ausschließlich durch sekundäre Zersetzung entstanden.
2. Diese Zersetzung habe stattgefunden unter gleichzeitiger Entbindung einer dem darin enthaltenen Chlor äquivalenten Menge von Sauerstoff.

Diese beiden Annahmen sind durchaus willkürlich, weil es garnicht ausgemacht ist, daß der Chlorecalciumüberschufs ausschließlich durch Zersetzung von schon gebildeten Sauerstoffverbindungen des Chlors entstanden ist; vielmehr liegt die Vermutung nahe, daß wenigstens ein Teil davon primär durch die Einwirkung von Salzsäuredämpfen entstanden ist, welche das Chlorgas von den Entwicklern her mit sich führte. Ferner würde die angenommene Äquivalenz voraussetzen, daß die Zersetzung nur nach der einen Formel:



stattfände, worüber ebenfalls nichts bekannt ist.

Es sei ferner der konkrete Fall angenommen, daß ein Oktagon in 48 Stunden gesättigt worden sei und 6800 Liter Lauge von 30° Tw. ergeben hatte mit 50 g $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ und 147,6 g Ca Cl^2 im Liter, also der Proportion 5,5 : 1, so enthielt dieselbe 134,0 g Ca Cl^2 als der Proportion 5 : 1 entsprechend, also einen Überschufs von 13,4 g Ca Cl^2 pro Liter. Die darin enthaltene Chlormenge ist äquivalent mit 1,93 g oder 1,95 Liter Sauerstoff. Pro Oktagon würde dies 13,13 kg oder 9180 Liter Sauerstoff ergeben.

Da man zur Sättigung von einem Oktagon (entsprechend 225 kg fertigem Kaliumchlorat) erfahrungsmäßig etwa 250 cbm Chlorgas verbraucht, so würde das Gasresiduum des Oktavons, zu 50 vol % O und 50 vol. % N angenommen, 18,36 cbm oder 7,3 vol. % des angewendeten Chlorgases betragen.

Die Röhre, durch welche die nicht absorbierten Gase aus dem letzten Oktagon in die Atmosphäre entwichen, hatte einen lichten Querschnitt von annähernd 0,25 Quadratdecimeter. Der Gasrest von einem Oktagon, 18,36 cbm, würde also in 48 Stunden mit einer mittleren Geschwindigkeit von 42,5 mm pro Sekunde ausströmen.

Da sich aber in der Röhre meistens die Gasreste von 4 Oktavons zusammendrängten, so durfte man die mittlere Geschwindigkeit der ausströmenden Gase zu 170 mm pro Sekunde vermuten.

Über die absoluten Chlormengen, welche unabsorbiert aus den Oktagons in die Atmosphäre entwichen, wurden bei den Weldon- und den Mutterlaugen-Oktagons keine Untersuchungen angestellt. Nur bei den Hurter-Deacon'schen Oktagons ergab eine Probe vom December 1873, daß 1,05 % des Gesamtchlors, welches in die Oktagons eintrat, aus dem Kalkmilchturn unabsorbiert entwich.

Bereitung
der Chlorat-
rohlauge.

Bei der Bereitung der Chloratrohlauge kam es darauf an, die Sättigung möglichst vollständig werden zu lassen, um das Hypochlorit soweit als thunlich schon in den Oktagons in Chlorat überzuführen, jedoch ohne die Temperatur von 40° C. zu überschreiten. Man strebte danach, intensiv violett gefärbte, sich schnell und glänzend klar absetzende Oktagonlauge zu erzeugen, weil man beobachtet hatte, daß unvollständig gesättigte Lauge oder solche, welche noch viel Hypochlorit enthielt, beim Eindampfen mit Chlorkalium mehr Chlor mit dem Wasserdampf austiefs als gut gesättigte Lauge. Eine Erklärung hierfür bietet das Verhalten der Chlorkalklösung¹⁾.

Kocht man Chlorkalklösungen, welche weniger als 16 g $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2$ im Liter enthalten, so erleidet man keinen Sauerstoffverlust, sondern erhält die theoretische Menge von $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$, bei stärkeren Lösungen aber erhält man nur folgende Ausbeuten²⁾:

g $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2$ im Liter	% Ausbeute an $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$
bis 16 g	100 %
bei 22 -	80,5 -
- 32 -	48,4 -
- 48 -	43,8 -

Schon Gay-Lussac und Mitscherlich bemerkten, daß die Sauerstoffentwicklung beim Kochen von Chlorkalklösungen durch Zusatz von Braunsteinpulver, Eisenhydroxyd, Kupferoxyd etc. beträchtlich gesteigert wird, ohne daß diese Substanzen selbst zersetzt werden. Ja, Fleitmann³⁾ bemerkte, daß konzentrierte Chlorkalklösungen durch eine Spur von Kobalt-superoxyd beim Er-

¹⁾ Lunge, Sodaindustrie, deutsche Ausg. II 708.

²⁾ Schlieper, Ann. Chem. Pharm. C, 171; Wagner's Jahresbericht 1857, 107.

³⁾ Ann. Chem. Pharm. CXXXIV, 64.

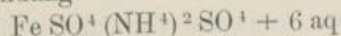
wärmen vollständig in Chlorealcium und Sauerstoff zerlegt werden, und man hat dies seitdem oft zur Sauerstoffdarstellung benutzt. Auch verschiedene andere Körper wirken in dieser Weise ¹⁾.

Da man nun die Eindampfung der Chloratrolauge im großen nicht in Porzellangefäßen, sondern in gußeisernen Bootpfannen bei Gegenwart von Eisenoxyd, Manganoxyd und anderen Verunreinigungen vornehmen muß, so ist es klar, daß man den Gehalt an Hypochlorit so viel als möglich herabdrücken muß.

Von jeder Quantität Lauge, welche zur Einkochung kam, wurden 2 Muster nach dem Laboratorium gebracht, um auf die erforderliche Menge von Chlorkalium untersucht zu werden. Unter-
suchung der
Chlorat-
rolauge

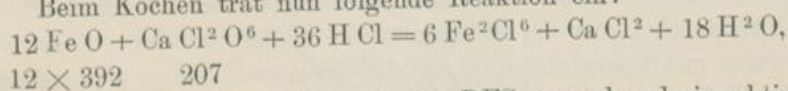
Von jedem der beiden Muster wurden 10 cem abgenommen, in eine 200 cem Maßflasche gebracht und bis auf dies Volumen verdünnt. Je 10 cem dieser wohl gemischten Flüssigkeit enthielten dann also 1 cem Oktagonlauge zu gleichen Teilen aus beiden Mustern gemischt.

Es wurden nun 10 cem aus der Maßflasche entnommen, noch ^{auf Chlorat.} etwas verdünnt und einmal aufkochen gelassen, um möglicherweise vorhandenes freies Chlor auszutreiben. Dann fügte man eine abgewogene Menge von 1,3 oder 1,4 g trockenes schwefelsaures Eisenoxydul - Ammoniak — wofür die abgekürzte Bezeichnung: Doppelt-Eisen-Salz, DES, benutzt werden soll — hinzu, versetzte mit etwas Salzsäure und erhitzte zum Kochen. Das angewendete DES war ganz feinkörnig und so lufttrocken, daß die einzelnen Krystallkörnchen nicht an einander hafteten und man es als die reine Verbindung



mit dem Molekulargewicht = 392, d. h. dem 7 fachen des darin enthaltenen Eisens, ansehen konnte.

Beim Kochen trat nun folgende Reaktion ein:



$$12 \times 392 \quad 207$$

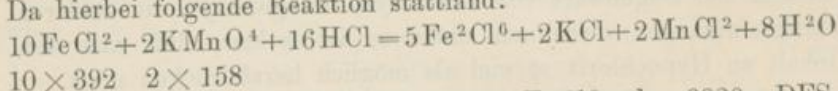
wobei statt der langen Formel des DES nur das darin aktive Fe O gesetzt ist. Hieraus ergab sich, daß 12 × 392 g DES durch 207 g Calciumchlorat zu Eisenoxydsalz oxydiert wurden, oder 1 g DES zeigte durch seine Oxydation $\frac{207}{12 \times 392}$ oder 0,044005 g Ca Cl² O⁶ an²⁾.

¹⁾ Gmelin-Kraut I, 2, 359.

²⁾ Das überchlorsaure Kali K ClO⁴, wie es bei der Elektrolyse starker

Gewöhnlich oxydierte 1 cem Oktagonlauge zwischen 0,9 und 1,2 g DES.

Nach dem Kochen liefs man die Flasche schnell abkühlen, verdünnte mit Wasser und titrierte die überschüssige Menge Eisenoxydulsalz mit einer Lösung von übermangansaurem Kali zurück. Da hierbei folgende Reaktion stattfand:

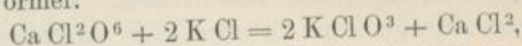


$$10 \times 392 \quad 2 \times 158$$

so oxydierten je 316 g KMnO^4 1270 g FeCl^2 oder 3920 g DES. Die benutzte Manganlösung enthielt in 1 Liter 3,16 g KMnO^4 ; also zeigte 1 cem derselben 0,0392 g DES an, oder umgekehrt 1 g DES wurde oxydiert durch 25,51 cem dieser Manganlösung.

Die auf diese Weise gefundene überschüssige Menge DES wurde von der angewandten Menge abgezogen; der Rest gab diejenige Menge an, welche durch das vorhandene CaCl^2O^6 oxydiert war, dessen Menge man fand, indem man mit dem Faktor 0,044005 multiplizierte.

Um nun daraus die nötige Menge Chlorkalium zu finden, so lehrte die Formel:



dafs für je 207 g CaCl^2O^6 149 g KCl erforderlich waren. Oder, um die Zwischenrechnung zu ersparen, dafs für je 1 g DES, welches durch das vorhandene CaCl^2O^6 oxydiert worden war,

$$\frac{149}{207} \cdot 0,044005 \text{ oder } 0,031675 \text{ g KCl erfordert wurden. Da nun}$$

das rohe Chlorkalium gewöhnlich nur 90 % KCl enthielt, so verlangte unter dieser Annahme 1 g DES 0,035194 g rohes Chlorkalium.

Um also die für eine Einkochung nötige Menge von Chlorkalium zu erfahren, hatte man die Anzahl der Gramme DES, welche durch 1 cem der Oktagonlauge oxydiert wurden, zu multiplizieren mit 0,035194 mal 1000 mal der der Anzahl Liter. Seit man zu jeder Einkochung das bestimmte Volumen von 14 300 Litern Lauge nahm, konnte man die Faktoren zusammenziehen derart, dafs man für 1 g DES, welches durch 1 cem Lauge oxydiert wurde, theoretisch 503 kg 90%iges Chlorkalium erforderlich fand. Praktisch

Lösungen von chlorsaurem Kali entsteht, giebt beim Kochen mit saurer Eisenchlorürlösung seinen Sauerstoff nicht ab, sondern bleibt unverändert. Vergl. Hurter. Journ. of the Society of Chem. Industry 1887, p. 341, und Chem. Ind. 1888, p. 28.

konnte man aber nach Beurteilung der einzelnen Fälle und den speziell zu verfolgenden Absichten 15 bis selbst 25 % weniger Chlorkalium anwenden.

Um den Gang des Prozesses zu kontrollieren, namentlich um auf Chlorid zu sehen, ob die Sättigung gut und ohne zu große Temperaturerhöhung stattgefunden hat, wurde jedesmal auch noch das Verhältnis von Ca Cl^2 zu $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ bestimmt.

Da eine Silbernitratlösung durch eine neutrale Calciumchloratlösung nicht gefällt wird, so konnte das Ca Cl^2 einfach titriert werden, denn die Oktagonlauge, wenn sie vollständig gesättigt war und kein freies Chlor aufgelöst enthielt, reagierte vollständig neutral und erlaubte die Anwendung des neutralen chromsauren Kalis als Indikator.

Die benutzte Silberlösung enthielt 17 g Ag NO^3 im Liter; 1 ccm davon zeigte 0,00355 g Cl oder 0,00555 g Ca Cl^2 an. 1 ccm Oktagonlauge erforderte gewöhnlich zwischen 20 und 28 ccm dieser Silberlösung.

Zur Probe nahm man jedoch nur $\frac{1}{2}$ ccm oder 5 ccm aus der 200 ccm Maßflasche, ließ dieselben nach dem Verdünnen einmal aufkochen, um etwa vorhandenes freies Chlor zu vertreiben, versetzte die abgekühlte Flüssigkeit mit etwas gelbem chromsauren Kali, und ließ aus der Bürette so lange Silberlösung zufließen, bis ein Tropfen eine rote Färbung von chlorsaurem Silber hervorbrachte.

Da das theoretische Verhältnis von Ca Cl^2 : $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ wie Berechnung der Proportion 5 Mol. : 1 Mol. oder wie 555 g Ca Cl^2 : 207 g $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ ist, so wird dies Verhältnis auch angezeigt durch

100 000 ccm Silberlösung : 4704 g DES.

Um hieraus rückwärts auf schnellste Weise die Proportion 5 : 1 zu finden, kann man die Zahl rechts mit einem Faktor x versehen, welcher der Gleichung genügt:

$$\frac{100\ 000}{5} = 4704\ x$$

$$x = 4,25169.$$

Multipliziert man also die Anzahl der Gramme DES, welche durch ein gewisses Volumen der Oktagonlauge oxydiert werden, mit 4,25169 und dividiert mit dem Produkt in die Anzahl der Kubikcentimeter der angeführten Silberlösung, welche durch dasselbe Volumen von Oktagonlauge gefällt werden, so erhält man die Anzahl der Moleküle Ca Cl^2 , die pro 1 Mol. $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ in der Lauge vorhanden sind.

Dieser Faktor läßt sich auf folgende Weise theoretisch ableiten: Da das Verhältnis von Ca Cl^2 : $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ nach der Theorie wie das von 5 Mol. : 1 Mol. ist, so ist auch das Mengenverhältnis von Ca in den beiden Verbindungen wie 5 : 1, und schließlic auch das Mengenverhältnis von Chlor in den beiden Verbindungen wie 5 : 1.

Bezeichnet man die Anzahl der Gramme DES, welche durch das in 1 cem Oktagonlauge enthaltene $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ oxydiert werden, mit F, und die Anzahl der Kubikcentimeter - Decinormal - Silberlösung, welche für das in 1 cem Oktagonlauge enthaltene Ca Cl^2 verbraucht werden, mit A, so beträgt die Gewichtsmenge Chlor, welche in dem vorhandenen $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ enthalten ist:

$$0,044005 F \cdot \frac{71}{207} \text{ g,}$$

oder, die relative Anzahl der Atome Chlor, welche in dieser Gewichtsmenge enthalten und damit überhaupt in der Form $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ vorhanden ist, beträgt:

$$\frac{0,044005 F}{35,5} \cdot \frac{71}{207}$$

Ferner ist in ähnlicher Weise:

$$\frac{0,00355 A}{35,5}$$

gleich der relativen Anzahl der Atome Chlor, welche in dem vorhandenen Ca Cl^2 enthalten sind.

Die Theorie verlangt nun, daß sich verhalte:

$$\frac{0,00355 A}{35,5} : \frac{0,044005 F}{35,5} \cdot \frac{71}{207} = 5 : 1,$$

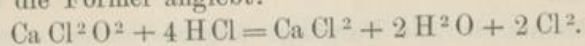
$$\text{woraus folgt: } \frac{A}{4,25169 F} = 5,$$

und in dieser Formel ist die oben gegebene Regel für die schnellste Berechnung der Proportion aus den unmittelbaren Resultaten der Titrierproben ausgedrückt.

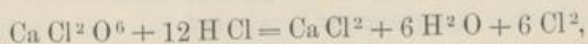
Es ist mitunter vorgekommen, daß man auf diese Weise die Zahl 5 gefunden hat, aber die Lauge war dann trübe, wollte sich nicht gut absetzen und enthielt noch Hypochlorit. Gewöhnlich war das A so groß, daß man eine größere Zahl als 5 fand. Die Zahl 6 wurde jedoch nur sehr selten überschritten.

Wenn die Oktagonlauge infolge ungenügender Sättigung noch ^{auf} Hypochlorit. unterchlorigsauren Kalk enthielt und man denselben vor der Eisenprobe nicht durch Kochen in Chlorat überführte, so wurde

derselbe auf Zusatz von Salzsäure unter Abgabe von Chlor zer-
setzt, wie die Formel angiebt:

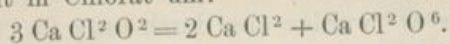


Vergleicht man hiermit die entsprechende Formel für das
Chlorat;



so ist ersichtlich, daß man dieselbe Menge Chlor, nämlich 6Cl^2
oder 426 g Cl aus 207 g $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ oder aus 3×143 oder 429 g
 $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2$ erhält.

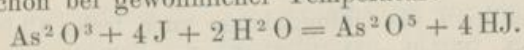
Für die Bestimmung der erforderlichen Menge Chlorkalium
erwächst daraus kein Fehler*), denn 3 Mol. Hypochlorit oxydieren
in der Eisenprobe ebensoviel Eisenoxydul wie 1 Mol. Chlorat.
Und gerade in demselben Verhältnis setzt sich beim Erhitzen und
Eindampfen — wenn man die Sauerstoffbildung vernachlässigt —
das Hypochlorit in Chlorat um:



Daraus folgt, daß die berechnete Quantität Chlorkalium theo-
retisch dieselbe bleibt, gleichgiltig, ob sie für schon fertig gebil-
detes Calciumchlorat oder für noch in der Form von Hypochlorit
in der Oktagonlauge vorhandenes Chlorat bestimmt ist. Praktisch
war allerdings ein deutlicher Unterschied im Verhalten der Lauge
und in den Ergebnissen bemerkbar.

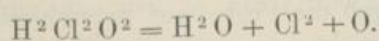
Die Bestimmung des unterchlorigsauen Kalks geschah in ge-
wöhnlicher Temperatur durch eine alkalische Lösung von ar-
seniger Säure. Dieselbe wurde bereitet durch Auflösen von 4,95 g
reiner $\text{As}^2 \text{O}^3$ in einer kochenden Lösung von 25 g reinen kohlen-
sauren Natrons; die Lösung wurde nach dem Abkühlen zu 1 Liter
verdünnt. Es war also eine Vierzigstel-Normallösung.

Beim Vermischen derselben mit einer Lösung von unter-
chlorigsauem Kalk wurde die arsenige zu Arsensäure oxydiert
und zwar schon bei gewöhnlicher Temperatur:



An die Stelle von 4J konnten auch 4Cl oder 2O, oder end-
lich $(\text{Cl}^2 + \text{O})$ treten.

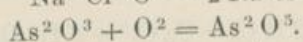
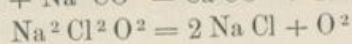
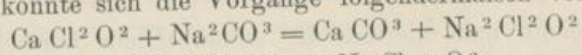
Gleichzeitig wurde die unterchlorige Säure in ihre Bestand-
teile zerlegt:



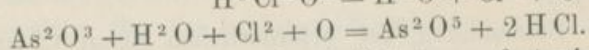
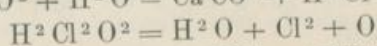
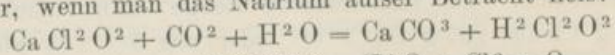
*) Vorausgesetzt, daß man in solchem Falle $\text{FeSO}^4 + 7 \text{aq}$ statt des
DES anwendet. Vergl. auch Lunge, Sodaindustrie.

Und es entstand eine starke weiße Fällung von kohlen-
saurem Kalk.

Man konnte sich die Vorgänge folgendermaßen vorstellen:

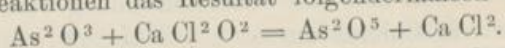


Oder, wenn man das Natrium außer Betracht lieft:



Hierbei würde die entstehende Salzsäure sofort wieder Kohlen-
säure freimachen.

Oder endlich, man konnte unter Weglassung aller neben-
sächlichen Reaktionen das Resultat folgendermaßen darstellen:



Je 198 g $\text{As}^2 \text{O}^3$ wurden also durch 143 g $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2$ zu Arsen-
säure oxydiert. 1 cem der Arsenlösung zeigte also

$$\frac{143}{198} \cdot 0,00495 = 0,003575 \text{ g Ca Cl}^2 \text{O}^2$$

an. Zur Probe nahm man 10 cem Oktagonlauge, d. h. 5 cem aus
jedem der beiden Muster und versetzte dieselben mit 10 bis 15 cem
Arsenlösung. Nach einigem Umschwenken fügte man Stärke-
lösung hinzu und titrierte den Überschufs der Arsenlösung mit
Jodlösung zurück. Die letztere enthielt 12,7 g J mit 25 g KJ zu
1 Liter gelöst. 1 cem Jodlösung oxydierte genau 1 cem Arsen-
lösung. Aus der Differenz ergab sich die Anzahl der Kubikcenti-
meter-Arsenlösung, welche durch das vorhandene Hypochlorit
oxydiert worden waren. Durch Multiplikation derselben mit
0,003575 erhielt man die Anzahl der Gramme $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2$.

Gewöhnlich enthielt die Oktagonlauge in 1 Liter 1 bis 3,5 g
 $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2$.

Häufig enthielt die Oktagonlauge auch freies Chlor aufgelöst,
welches durch dieselbe Probe gefunden wurde. 1 cem Arsen-
lösung zeigte dann 0,00355 g Cl an. Da 4 Cl dieselbe oxydie-
rende Wirkung besitzen wie 1 Mol. $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2$, und $4 \times 35,5$ oder
142 so sehr wenig von dem Molekulargewicht des Hypochlorits
143 abweicht, so gab die Probe auf unterchlorigsauren Kalk fast
genau dieselbe Gewichtsmenge wie diejenige auf freies Chlor, und
man beschloß der Einfachheit wegen für beide Körper die Be-
zeichnung: freies Chlor und zur Ermittlung seiner Quantität
den Faktor 0,00355 zu gebrauchen, wie man es ja auch bei der

technischen Untersuchung des Chlorkalkes thut. Vergl. auch die Methoden von Wolters¹⁾ und Opl²⁾.

Wenn man nicht blofs die Oktagonlauge allein, sondern auch die Mischungen derselben mit Waschwasser, wie sie in Quantitäten von 14 300 Litern zur Einkochung kamen, in Betracht zieht, so bewegten sich die bei der Untersuchung gefundenen Zahlen zwischen folgenden Grenzen:

Twaddel	25 bis 35°
1 ccm Lauge oxydierte	0,8 bis 1,3 g DES
1 ccm verbrauchte	20 bis 30 ccm Silberlösung
Proportion von Ca Cl^2 : $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$	5,0 : 1 bis 6,5 : 1
Freies Chlor in 1 Liter Lauge	0,5 bis 3,5 g
90 % Chlorkalium, theoretisch	402 kg bis 654 kg.

Zusammensetzung der Chloratrolauge.

Eine gute Durchschnittslauge ergab folgende Zahlen:

Twaddel	30°
1 ccm Lauge oxydierte	1,13 g DES
1 ccm Lauge verbrauchte	26,4 ccm Silberlösung
Proportion von Ca Cl^2 : $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$	5,5 : 1
90 % Chlorkalium, theoretisch	568 kg

und enthielt pro 1 Liter folgende Gewichtsmengen:

$\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6 = 49,0 \text{ g}$	} = 49,72 g total	: 207 = 0,24	= 1 : 5,5
$\text{Ca Cl}^2 \text{O}^2 = 1,5 \text{ g}$			
$\text{Ca Cl}^2 = 146,5 \text{ g}$: 111 = 1,32	
$\text{H}^2\text{O} = 953,0 \text{ g}$			

1 Liter = 1150,0 g.

Für die Bereitung der Chloratrolauge hat es sich als am günstigsten herausgestellt, wenn man die Stärke der ursprünglichen Kalkmilch derart einrichtete, dafs eine gesättigte Oktagonlauge von 29 bis 30° Tw. entstand, keinesfalls aber wollte man die Grenzen von 26 bis 33° Tw. weder nach der einen noch nach der anderen Richtung hin überschreiten. Denn wenn man die Sättigung eines Oktagons durch zu reichliche Chlorzuführung über die Gebühr beschleunigte und dadurch eine Temperaturerhöhung der Flüssigkeit weit über 40° C. veranlafste, so hatte man Chloratverluste zu erleiden, die sich in der Proportion von Chlorid zu

Stärke der Chloratrolauge.

¹⁾ Journ. für prakt. Chem. 1874, X, 128; Wagner's Jahresbericht 1874, 342.

²⁾ Dingler's Journ. CCXV, 233, 325; Wagner's Jahresb. 1875, 429.

Chlorat in der fertigen Lauge offenbarten. Andererseits konnte man annehmen, daß bei sonst regelmäßigem Chlorstrom mit der Stärke der gesättigten Lauge im allgemeinen auch die Temperatur stieg, bei der die Sättigung eintrat und damit auch die Proportion ungünstiger wurde.

Chloratrohlaugen:

	1	2	3	4	5	6	7	8
Anzahl der Muster	° Twaddel	1 cem oxydierte Gramme DES (392)	1 cem verbrauchte cem Decinormal- Silberlösung	Proportion Ca Cl ² : Ca Cl ² O ⁶				
6	23	0,83	0,83	19,1	19,1	5,38 : 1	5,41 : 1	
3	23,5	0,89	0,86	20,8	19,9	5,40 : 1	5,44 : 1	
8	24	0,90	0,89	21,1	20,6	5,43 : 1	5,44 : 1	
6	24,5	0,92	0,91	21,1	21,3	5,33 : 1	5,50 : 1	
6	25	0,96	0,94	22,7	21,9	5,56 : 1	5,48 : 1	
4	25,5	1,01	0,97	22,2	22,4	5,20 : 1	5,43 : 1	
7	26	1,00	1,00	23,0	22,9	5,31 : 1	5,44 : 1	
9	26,5	1,00	1,02	23,1	23,4	5,40 : 1	5,40 : 1	
10	27	1,033	1,04	24,0	23,9	5,41 : 1	5,40 : 1	
10	27,5	1,058	1,06	24,2	24,4	5,37 : 1	5,41 : 1	
12	28	1,067	1,08	24,9	24,8	5,44 : 1	5,40 : 1	
10	28,5	1,093	1,10	25,2	25,1	5,41 : 1	5,37 : 1	
11	29	1,145	1,12	25,6	25,4	5,24 : 1	5,34 : 1	
8	29,5	1,148	1,14	26,2	25,8	5,34 : 1	5,32 : 1	
8	30	1,169	1,16	26,2	26,2	5,30 : 1	5,31 : 1	
4	30,5	1,177	1,18	26,6	26,6	5,30 : 1	5,30 : 1	
6	31	1,199	1,20	27,4	27,0	5,40 : 1	5,29 : 1	
4	31,5	1,195	1,22	28,3	27,4	5,35 : 1	5,28 : 1	
7	32	1,212	1,24	27,0	27,9	5,20 : 1	5,30 : 1	
3	32,5	1,249	1,25	28,6	28,4	5,40 : 1	5,34 : 1	
3	33	1,214	1,26	29,3	29,0	5,55 : 1	5,41 : 1	
3	33,5	1,220	1,27	30,3	29,6	5,75 : 1	5,48 : 1	
3	34	1,289	1,28	29,5	30,3	5,33 : 1	5,57 : 1	
0	34,5	—	1,29	—	31,0	—	5,65 : 1	
1	35	1,310	1,30	32,0	32,0	6,00 : 1	5,79 : 1	
0	35,5	—	1,31	—	—	—	—	
0	36	—	1,32	—	—	—	—	

I

II

III

In der vorstehenden Tabelle sind die Durchschnittszahlen einer größeren Anzahl von Chloratrohlaugen aus den Jahren 1880 und 1881 zusammengestellt. Die erste Kolonne enthält die Anzahlen der Muster, aus denen die Durchschnitte jeder Horizontalreihe berechnet wurden. Die zweite Kolonne giebt die Stärken der Laugen in Graden Twaddel. Die dritte Kolonne enthält die arithmetischen Mittel der gefundenen Anzahlen in Grammen DES, welche durch 1 ccm der Lauge oxydiert wurden; und um die ungleiche Wertigkeit dieser einzelnen Zahlen auszugleichen, wurde aus ihnen durch arithmetische Interpolation die Kolonne 4 berechnet. Auf Tafel V, Fig. 64, ist diese Zahlenreihe als Kurve I dargestellt.

Die Kolonne 5 enthält die arithmetischen Mittel der gefundenen Anzahlen von Kubikcentimetern Decinormal-Silberlösung, welche durch 1 ccm der Lauge verbraucht wurden, und durch graphische Interpolation ist aus denselben die Zahlenreihe der Kolonne 6 gewonnen worden. Die Kurve II auf Tafel V, Fig. 64, zeigt den Verlauf dieser Zahlenreihe.

Die Kolonne 7 giebt die arithmetischen Mittel der gefundenen Proportionen und die Kolonne 8 die aus den Kolonnen 4 und 6 berechneten Proportionen. Der Verlauf der letzteren ist auf derselben Tafel in Kurve III dargestellt.

Man ersieht aus den drei Kurven, wie ungünstig es sein würde, die Stärke der Chloratrohlauge über 33° Tw. zu steigern; und unter 26° Tw. fällt die Chloratkurve so schnell ab, daß man zur Eindampfung zu viel Kohle verbrauchen würde.

Von diesen Zahlenverhältnissen der Chloratlauge, wie sie in der Fabrik der Herren James Muspratt & Sons in Widnes beobachtet wurden, wichen diejenigen anderer Fabriken mehr oder weniger ab. In der Fabrik von James Muspratt & Sons in Liperpool wurden alle Laugen des Chloratprozesses durchschnittlich 2 % Tw. niedriger gehalten. In der Kunheim'schen Fabrik in Berlin dagegen machte man 1880 die Chloratrohlauge 39,6 bis 43,6° Tw. stark (24 bis 26° Baumé).

Stärke der Chloratrohlauge in anderen Fabriken.

In der großen Fabrik von A. R. Pechiney & Co. in Salingres (Gare) stellte man die Chloratrohlauge durchschnittlich in der Stärke von 25° Baumé oder 42° Tw. her*) und hatte dabei gewöhnlich eine Proportion von $\text{Ca Cl}^2 : \text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ wie 5,6 : 1.

*) D. R. P. 15493 von 1881, Classe 12.

Die Chloratrohlaugen aus dem Kuhlmann'schen Apparat verhielten sich genau so wie Oktagonlaugen.

Lunge giebt einige Analysen von Chloratrohlauge aus Newcastle an*), die in sehr kleinen Apparaten hergestellt worden waren:

1 Liter enthielt Gramme:

Lauge, kalt gemessen	° Baumé ° Twaddel	16—17	16—17	18	23
		25—27	25—27	28	38
Cl in Form von CaCl^2O^2 . . .		0,63	0,78	0,65	1,01
- - - - CaCl^2O^6 . . .		7,2	6,14	6,90	6,95
- - - - CaCl^2 . . .		40,26	37,00	37,21	45,09
Proportion von CaCl^2 : CaCl^2O^6		5,59	6,02	5,53	6,44

Die drei ersten Analysen zeigen die laufende Fabrikation, die letzte Analyse ist bei Gelegenheit eines Specialversuches ausgeführt worden.

Im Dezember 1879 wurde ein Versuch gemacht, in dem Kalkmilchturm hinter den Hurter-Deacon'schen Oktagons Chloratrohlauge zu erzeugen und zwar mit Weldon-Gas. Die mit Chlor gesättigte Kalkmilch hatte 25° Tw., war rosarot gefärbt, hatte sich aber nicht erwärmt und enthielt in 1 Liter:

$$\begin{array}{l} \text{Ca Cl}^2 \text{O}^6 = 35,287 \text{ g} \\ \text{Ca Cl}^2 \text{O}^2 = 12,155 \text{ -} \\ \text{Ca Cl}^2 = 121,545 \text{ -} \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} \text{Ca Cl}^2 \text{O}^6 \\ \text{Ca Cl}^2 \text{O}^2 \\ \text{Ca Cl}^2 \end{array}} \right\} = 41,404 \text{ Ca Cl}^2 \text{O}^6$$

1 cem oxydierte 0,941 g DES und verbrauchte 21,9 cem Silberlösung. Proportion = 5,5 : 1. Etwa 2000 Liter wurden durch Einen Weldon-Entwickler gesättigt. Die Lauge war wegen ihres hohen Gehalts an Hypochlorit nicht direkt zur Fabrikation geeignet, sondern mußte erst in einem Oktagon fertig gemacht werden.

Versuch mit
Kalkstein.

Noch ein älterer Versuch von 1873 mag hier erwähnt werden, Chlorgas direkt auf Kalkstein einwirken zu lassen. Eine weite Glasröhre wurde mit Kalksteinstücken gefüllt, aufrecht hingestellt, und während von oben Wasser niederrieselte, von unten aus Chlorgas eingeleitet. Die unten abfließende Flüssigkeit war wesentlich eine wässrige Lösung von Chlor und enthielt nur sehr wenig unterchlorigsauren Kalk, während der Kalkstein gar nicht sichtbar angegriffen wurde.

*) Sodaind. III, p. 389.

Damit die von Göpner und Deacon beschriebene Reaktion
 $\text{Ca CO}_3 + \text{H}_2\text{O} + 4 \text{Cl} = \text{Ca Cl}_2 + \text{CO}_2 + 2 \text{H Cl O}$
stattfinde, muß also der kohlen saure Kalk in fein gemahlenem
und in Wasser aufgeschlämmtem Zustande vorhanden sein ¹⁾.

Lunge ²⁾ hat nachgewiesen, daß man eine Lösung von Calciumchlorat oder Kaliumchlorat mehrere Tage lang kochen kann, ohne daß eine Zersetzung eintritt. Wenn die Lösung aber Hypochlorit enthält, so zersetzt sich dieses allein.

Während des Eindampfens der Chloratrohlauge unter Zusatz von Chlorkalium stiefs die Flüssigkeit namentlich im Anfang mit den Wasserdämpfen auch beträchtliche Mengen von Chlorgas aus. Dieselben waren so bedeutend, daß man sie nicht als einfach in der Lauge gelöst und nun durch die Wärme ausgetrieben ansehen konnte. Die Ursache dieses Chlorverlustes blieb jedoch ungeklärt. Nur wurden drei That sachen beobachtet, die möglicherweise zu einer Erklärung führen könnten:

1. Nicht genügend gesättigte Kalkmilch, die viel Hypochlorit enthielt, sich schlecht absetzte und eine nur hellrosa gefärbte trübe Lauge ergab, entwickelte beim Kochen viel mehr Chlor als gut gesättigte Lauge. Dies war den Arbeitern an den Eindampfpfannen wohl bekannt, und eine Erklärung dafür ist schon Seite 78 gegeben worden.
2. Während des Eindampfens ging die purpurrote bis violette Farbe der Chloratrohlauge über in ein schmutziges Hellbraun, also unter Zersetzung des übermangansauren Kalkes, und die geklärte und abgekühlte Lauge besafs dann eine hellgelbliche Farbe.
3. Um den Chlorverlust zu vermeiden oder wenigstens zu mäßigen, wurde 1873 der Versuch gemacht, die fertig geklärte, gut gesättigte Oktagonlauge durch Zusatz von Kalkmilch alkalisch zu machen und in diesem Zustande einzudampfen: die Chlorentwicklung schien geringer zu sein und die Ausbeute von Rohkrystallen schien — soweit ungenaue Beobachtungen eine Angabe zulassen — größer

Erste Einkochung.

Chloratzersetzung.

Alkalische Chloratrohlauge.

¹⁾ Vergl. S. 68; oder Lunge, Sodaindustrie, oder Göpner, Dingler's Journ. CCIX 204, Wagner's Jahresb. 1873, 275; Deacon, engl. Patent vom 7. November 1872.

²⁾ Dingler's Journ. 1880, 238, p. 69; Sodaind. III, p. 388.

zu sein als bei gewöhnlichen Einkochungen. Die Mutterlauge behielt selbst nach 10 Tagen noch eine rote Farbe, also ein Zeichen, daß das übermangansäure Salz noch nicht vollständig zersetzt worden war. Man hätte nun wohl dies Verfahren immer angewendet, aber die dabei erzielten Rohkrystalle waren schmutziger als früher und verursachten im Krystallhause Schwierigkeiten. Die Auflösungen wollten sich nicht schnell und gut genug klären, und man erhielt Feinkrystalle von geringerer Reinheit. Daher waren diese sogenannten „roten Einkochungen“ nicht beliebt. Man versuchte darauf, den Kalkzusatz so gering zu machen, daß die eingedampfte Lauge das frühere Ansehen erhielt und gab schliesslich den Kalkzusatz wieder ganz auf.

In der Aufsiger Fabrik verfolgte man 1879, namentlich, um in schmiedeeisernen Pfannen eindampfen zu können, denselben Gedanken auf andere Weise: Man setzte der Chloratrolauge etwas Schwefelnatriumlösung zu und blies Luft ein, bis deutliche Schwefelreaktion eintrat. Beim Umkrystallisieren der Rohkrystalle fügte man dann den Auflösungen etwas Soda zu, um dieselben zu reinigen und schneller sich klären zu lassen.

Die GröÙe des Chlorverlustes während des Eindampfens konnte wohl annähernd ermittelt werden, aber die Reaktionen, durch welche derselbe veranlaßt wurde, blieben unbekannt. Wahrscheinlich aber spielen die Oxyde des Eisens und Mangans und das Eisen der Pfanne dem Chlorat gegenüber eine ähnliche Rolle wie beim Hypochlorit, Seite 78 u. 79. Denn reine Chloratrolauge kann in PorzellangefäÙen stundenlang gekocht werden, ohne daß eine Zersetzung von Chlorat eintritt*).

Beispiel zu
starker Ein-
kochung.

Der Gang der Untersuchung veranschaulicht sich am besten an einem konkreten Beispiel, bei dem es sich allerdings um einen ganz abnormen Fall handelt, der aber insofern lehrreich ist, als er zeigt, wie sehr es sich rächt, wenn man bei einer Fabrikation wie der des Chlorats, nicht diejenigen Verhältnisse innehält, welche durch die Erfahrung als die vorteilhaftesten erkannt worden sind.

Am 18. November 1875 kam eine Quantität von 12 560 Litern Oktagonlauge von 24° Tw. zur Eindampfung. 1 ccm oxydierte 0,85 g DES und verbrauchte 21,7 ccm Silberlösung; die Proportion

*) Lunge, Sodaindustrie. III. p. 388; Dingler's Journal 1880. 238 p. 69.

war demnach 6,0 : 1. An 90%igem Chlorkalium wurden erfordert: 375,5 kg, doch wurden nur 368,3 kg oder 98,1 % der theoretischen Menge zugefügt. Ein Liter enthielt also im Anfang:

$$\begin{array}{l} 37,4 \text{ g CaCl}^2 \text{ O}^6 \\ 120,4 \text{ - CaCl}^2 \end{array}$$

Aus Versehen wurde die Lauge bis auf 74° Tw. eingedampft statt bis zu 58° oder 60° und nahm im Krystallisierkasten einen Raum von 3757 Litern ein. Zwei Muster der Mutterlauge, welche nach 10 und nach 11 Tagen gezogen wurden, enthielten im Durchschnitt in 1 Liter:

$$\begin{array}{l} \text{KClO}^3 = 15,25 \text{ g } [= 4,86 \text{ g K}] \\ \text{KCl} = 35,5 \text{ g } [= 18,00 \text{ g K}] \end{array} \} = 23,46 \text{ g Total-K}$$

$$\text{CaCl}^2 = 462,0 \text{ g}$$

Total Chloride = 488,4 g CaCl².

An Rohkrystallen wurden erhalten 304,8 kg mit einem Gehalt von 80 % KClO³ oder 243,8 kg KClO³.

Hiermit sind alle Elemente zur Berechnung gegeben: In den 12 560 Litern Oktagonlauge kamen im ganzen zur Operation:

$$\begin{array}{l} 469,7 \text{ kg CaCl}^2 \text{ O}^6 \\ 1512,2 \text{ - CaCl}^2 \\ 331,5 \text{ - KCl} \end{array}$$

Das Calciumchlorat hätte günstigstenfalls $\frac{245}{207} \cdot 469,7 \text{ kg}$ od. 555,9 kg KClO³ liefern können.

Statt dessen wurden aber nur erhalten:

$$\begin{array}{l} \text{In den Rohkrystallen} \dots\dots\dots 243,8 \text{ kg KClO}^3 \\ \text{In der Mutterlauge } 3757 \times 15,25 = 57,3 \text{ - -} \\ \hline \text{oder im ganzen} \dots\dots = 301,1 \text{ kg KClO}^3. \end{array}$$

Das Deficit betrug also 254,8 kg oder 45,8 % der theoretischen Menge.

Diese Berechnung genügte aber nicht, denn es konnte ja von den Rohkrystallen oder von der Lauge etwas verloren gegangen sein. Daher mußte das Verhältnis von Chlorid zu Chlorat in der eingedampften Lauge aufgesucht werden.

Der Gesamtgehalt von Chloriden ausgedrückt als CaCl² betrug in der Mutterlauge 3757 × 488,4 oder 1834,9 kg CaCl². Hiervon war jedoch diejenige Menge CaCl² abzuziehen, welche der in dem zugesetzten Chlorkalium enthaltenen Menge von KCl äquivalent ist. An Chlorkalium wurde zugefügt: 368,3 kg zu 90 % KCl = 331,5 kg KCl. Dieselben enthalten so viel Chlor wie

247 kg Ca Cl². Zieht man diese Menge ab, so bleibt diejenige Menge Ca Cl² übrig, welche schon ursprünglich in der Lauge vorhanden war, plus derjenigen, welche während des Einkochens durch Zersetzung von Chlorat unter Entbindung von Chlor und Sauerstoff entstanden ist, nämlich:

$$\begin{array}{r} 1834,9 \text{ kg} \\ - 247,0 \text{ -} \\ \hline = 1587,9 \text{ kg Ca Cl}^2. \end{array}$$

Als Resultat der Einkochung ergab sich also das Verhältnis von:

$$1587,9 \text{ kg Ca Cl}^2 : 301,1 \text{ kg K Cl O}^3.$$

Um die Äquivalenz mit dem Ca Cl² O⁶ herzustellen, muß man das Mol. des Kaliumchlorats verdoppeln zu K² Cl² O⁶. Dividiert man durch 111 resp. 245, so erhält man das Molekülverhältnis von 11,6 : 1.

Anfänglich war das Verhältnis von Chlorid zu Chlorat wie 6,0 : 1.

Berechnung
des Chlorat-
Verlustes aus
den Pro-
portionen.

Bezeichnet man allgemein das anfängliche Verhältnis mit A : 1 und das nach dem Einkochen gefundene mit B : 1, so kann man unter der Annahme, daß für je 1 Mol. Chlorat, welches zersetzt worden ist, 1 Mol. Chlorid entstanden ist, den prozentischen Verlust auf folgende Weise in Bezug auf die Anfangsmenge berechnen: Multipliziert man das erste Verhältnis mit 100 und bezeichnet mit x die Procentmenge des zersetzten Chlorats, so hat man die Gleichung:

$$\begin{array}{l} 100 A + x : 100 - x = B : 1 \\ x = \frac{(B-A) \cdot 100}{B + 1} \end{array}$$

In dem vorliegenden Falle war A = 6,0 und B = 11,6; also betrug der Verlust an Chlorat 44,4 % der ursprünglichen Menge.

Zog man es vor, die Ausbeute an Kaliumchlorat nicht auf das ursprüngliche Calciumchlorat, sondern auf die Quantität des angewendeten Chlorkaliums zu beziehen, so hatte man die Zahlen:

$$\begin{array}{r} 331,5 \text{ kg K Cl hätten liefern sollen} \quad . \quad . \quad 545 \text{ kg K Cl O}^3 \\ \text{Erhalten wurden nur im ganzen} \quad . \quad . \quad 301,1 \text{ - -} \end{array}$$

also sind zerstört worden . . . 243,9 kg K Cl O³
oder 44,7 % der erwarteten Menge.

Dies heißt also auch, daß von der angewandten Menge Chlorkalium 44,7 % sich in der Mutterlauge als K Cl vorfinden mußten.

Da sich 3757 Liter Mutterlauge ergeben hatten, so kam auf 1 Liter derselben

$$\frac{0,447 \times 331,5 \times 1000}{3757} = 39,4 \text{ g K Cl}$$

gegen 35,5 g, die thatsächlich in der Mutterlauge gefunden wurden. Die mangelnde Übereinstimmung erklärte sich aus der Ungenauigkeit sämtlicher Messungen und Wägungen, der Schwierigkeit des richtigen Musterziehens und den beiden Annahmen, daß das Chlorkalium 90 % K Cl und die Rohkrystalle 80 % K Cl O³ enthalten hätten, während vielleicht jene Zahl etwas zu hoch, diese etwas zu niedrig gegriffen war.

Die einfachste und schnellste Methode, um den Chloratverlust während des Eindampfens zu finden, ist jedoch folgende, bei der man gar nicht nötig hat, die Mengen der Chloride und Chlorate auszurechnen, noch auch Wägungen und Messungen im großen vorzunehmen:

Kürzeste Berechnung des Chloratverlustes.

Man braucht nur folgende drei Stücke zu wissen:

1. Proportion von Chlorid zu Chlorat in der Chloratrohlauge,
2. Quantität des zugefügten Chlorkaliums, ausgedrückt in Prozenten der theoretisch erforderlichen Menge,
3. und die Proportion von Gesamtchloriden zu Gesamtchloraten in der eingedampften noch heißen Lauge.

Zur Bestimmung der letzteren Proportion kann man während des Abfließens der heißen eingekochten Lauge nach den Krystallisierkästen ein Muster derselben ziehen und, um das Auskrystallisieren des K Cl O³ zu verhüten, dasselbe sofort in eine größere Menge Wasser gießen und dann wie Oktagonlauge untersuchen. Ohne die betreffenden Calcium- und Kaliumsalze auszurechnen, kann man sofort die gesuchte Proportion finden, indem man die Anzahl der Gramme DES, die durch ein gewisses Volumen der Lösung oxydiert wird, mit 4,25169 multipliziert und mit dem Produkt in die Anzahl der Kubikcentimeter Silberlösung dividiert, welche dasselbe Volumen der Lösung verbraucht.

In dem vorliegenden Falle hatte man folgende Zahlen: die Proportion von Ca Cl² : Ca Cl² O⁶ war in der Oktagonlauge wie 6,0 : 1.

An 90 %igem Chlorkalium wurden zugegeben 368,3 kg oder 98,1 % der theoretisch erforderlichen Menge.

Die Proportion von Total-Chlorid : Total-Chlorat nach dem Einkochen war 13,44 : 1, denn es wurden erhalten:

Total-Chloride in der Mutterlauge . . . = 1834,9 kg Ca Cl²
Total-Chlorate in Rohkrystallen u. Mutterlauge = 301,1 kg K Cl O³.

Dividierte man, um die relativen Anzahlen der Moleküle zu erhalten, durch die Äquivalente 111 resp. 245, so erhielt man die Quotienten 16,53 und 1,23, welche sich verhielten wie 13,44 : 1.

Wenn man nur 98,1 % der theoretisch erforderlichen Menge K Cl zufügte, so hieß das, daß man an K Cl nicht das Äquivalent des vorhandenen Calciumchlorats anwendete, sondern nur 0,981 des Äquivalents, und um so viel wurden gleichzeitig die schon vorhandenen Chloride vermehrt. Die Oktagonlauge enthielt also ursprünglich und nach Zufügen des Chlorkaliums folgende Proportion von Chloriden zu Chloraten:

$$\begin{array}{r} 6,0 : 1 \\ + 0,981 \\ \hline = 6,981 : 1. \end{array}$$

Nach dem Eindampfen war dieselbe übergegangen in 13,44 : 1; also betrug der Verlust an Chlorat während des Eindampfens — indem man A = 6,981 und B = 13,44 setzt — nach der Formel:

$$x = \frac{(B - A) 100}{B + 1}$$

$$x = 44,7 \text{ } ^0\text{/}_0$$

der ursprünglich vorhandenen Menge an Chlorat.

Während man im ganzen Chloratprozeß — nach dem Salzsäureverbrauch berechnet — gewöhnlich nur einen Verlust von wenig über 30 % erlitt, war in diesem besprochenen abnormen Falle durch zu weites Eindampfen der ersten Lauge allein schon ein Verlust von über 40 % verursacht worden. Die Eindampfung war gleich in einer Operation so weit getrieben, daß die Mutterlauge die Stärke der zum zweitenmale nach Trennung von den Rohkrystallen, gesondert eingedampften Mutterlauge erhielt. Der Nachteil bestand in folgendem:

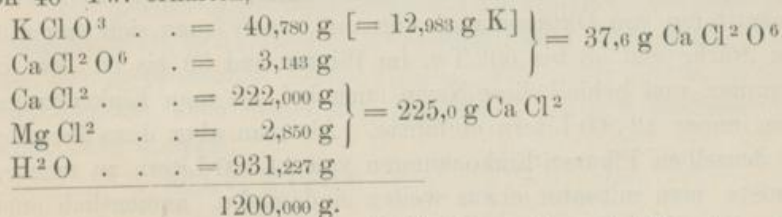
Nachteile zu
starker Erster
Einkochung. Hätte man bloß bis zu 58° oder 60° Tw. eingedampft, so würde man eine viel größere Ausbeute an Rohkrystallen erhalten haben und die Zersetzung des Chlorats während der zweiten Einkochung der Mutterlauge würde sich nur auf einen Teil der noch in der Mutterlauge gelöst verbliebenen Menge an Chlorat erstreckt haben. Die Mutterlauge von 60° Tw. enthielt allerdings mehr K Cl O³ gelöst als diejenige von 74° Tw., und über die Größe des Chloratverlustes während des zweiten Einkochens der Mutterlauge war nichts bekannt; man konnte aber annehmen, daß, da die Mutterlauge von 60° Tw. allein eine viel verdünntere

Chloratlösung darstellte, als wenn sie noch alle Rohkrystalle in Auflösung enthielt, trotz des höheren Siedepunktes sich ein kleinerer procentischer Anteil des vorhandenen Chlorats zersetzte. Und dieser kleinere procentische Anteil, welcher sich während des Einkochens von 60° auf 74° Tw. zersetzt hatte, bezog sich nur auf die noch in der Mutterlauge von 60° Tw. gelöste Chloratmenge. Es war daher absolut notwendig, die Eindampfung in zwei gesonderten Operationen vorzunehmen und zwischenein die Rohkrystalle zu entfernen.

In einem anderen Falle wurde eine durch Kalkzusatz alkalisch gemachte, sogenannte „rote Einkochung“ in derselben Weise untersucht und, so weit die verloren gegangenen Resultate eine Angabe zulassen, ein Chloratverlust während des Eindampfens bis zu 58° Tw. von nur 6 bis 7 % gefunden.

Im Durchschnitt durfte man denselben zu 10 bis 20 % annehmen.

Der braune Schlamm aus den Eindampffannen, welcher sich wochenlang angesammelt hatte und daher von vielen Operationen herrührte, wurde so lange mit Wasser und Dampf behandelt, bis man sicher sein konnte, daß alles auskrystallisierte $KClO^3$ in Lösung gegangen war. Nach mäßigem Abkühlen und Klärenlassen wurde dabei nach einer Analyse vom Mai 1873 eine Lauge von 40° Tw. erhalten, welche in 1 Liter enthielt:



Das Verhältnis der Gesamt-Chloride zu Gesamt-Chloraten war wie 11,16 : 1.

Dieser Lösung war durch Krystallisation kein Kaliumchlorat entzogen worden, sie stellte also die durchschnittliche Mischung einer großen Anzahl von Einkochungen dar. Allerdings hatte diese Mischung durch die lange Berührung mit den Oxyden des Eisens und des Mangans in dem Schlamm und namentlich während des Aufkochens mit Wasserdampf noch einen weiteren Chloratverlust erfahren.

Dem Gehalt der Lauge von $CaCl^2O^6$ entsprach erfahrungsmäßig eine Reduktion der theoretisch erforderlichen Menge von Chlorkalium auf 85 %. Nahm man die durchschnittliche Pro-

portion von $\text{Ca Cl}^2 : \text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ in der Oktagonlauge zu 5,5 : 1 an, so ging dieselbe durch Zufügen des Chlorkaliums über in

$$\begin{array}{r} 5,50 : 1 \\ + 0,85 \\ \hline 6,35 : 1. \end{array}$$

Da die Schlammlauge die Proportion 11,16 : 1 zeigte, so hatte für den der Schlammlauge entsprechenden Anteil der ursprünglichen Oktagonlauge ein Chloratverlust von 40,1 % stattgefunden, berechnet aus der Formel $x = \frac{(B-A) \cdot 100}{B+1}$, wenn man darin

$A = 6,35$ nur $B = 11,16$ setzte. An diesem Verluste nahm aber die grofse Hauptmasse der eingedampften Lauge blofs mit 10 bis 20 % teil, während nur der in den Pfannen zurückgebliebene Schlammrest während des Stehens und Dämpfens noch den weiteren Verlust bis zur Höhe von 40 % erlitt.

In der ersten Einkochung dampfte man die Chloratrohlauge mit Chlorkalium bis zu einer Stärke ein von

Normalstärke der ersten Einkochung

im Winter 58 bis 64° Tw.,
im Sommer 62 bis 68° Tw.

Diese Grenzen waren so weit gesteckt, um den häufiger vorkommenden speciellen Verhältnissen gerecht zu werden. Anfangs der siebziger Jahre, als man Einkochungen von verschiedenen Quantitäten von Oktagonlauge vornahm, hielt man sich enger an die Stärke von 58 bis 60° Tw. im Winter und 59 bis 62° Tw. im Sommer, und behielt diese Norm auch bei, als man Einkochungen von immer 12 560 Litern einfuhrte. Als man aber dazu überging, in denselben Pfannen Einkochungen von 14 300 Litern zu machen, mußte man mitunter etwas weiter eindampfen, namentlich auch, um die alten Krystallisierkasten noch fortgebrauchen zu können. War eine Pfanne nicht gereinigt worden, und mußte zu dem Schlamm der vorhergehenden Einkochung die neue Lauge aufnehmen, so war der Pfannenraum durch den Rückstand beschränkt, und man mußte etwas stärker eindampfen, trotzdem man gerade unter solchen Umständen die Eindampfung so bald als nur irgend möglich hätte beendigen sollen, um das Chlorat der zerstörenden Wirkungen der Oxyde des Eisens und Mangans zu entziehen. Andererseits begnügte man sich bei den Pfannen mit schlechtem Zuge mit einem nur eben hinreichenden Grade der Eindampfung. Im allgemeinen war das Ziel, eine erste Mutterlauge zu erhalten, deren Dichte wenig von 60° Tw. abwich, im Sommer etwas stär-

ker und im Winter etwas schwächer war. Eine solche erste Mutterlauge von 60° Tw. enthielt im Januar 1873 in 1 Liter:

34,90 g KClO_3

16,67 g K im Überschufs als KCl ,

wobei die theoretisch erforderliche Menge Chlorkalium angewendet worden war.

Die Zusammensetzung der Rohkrystalle hing ganz davon ab, wie gut sie gewaschen waren und wie lange Zeit sie gehabt hatten, um abzutropfen. Vor Anwendung der Centrifuge enthielten die eigentlichen Rohkrystalle im Durchschnitt:

78—82 % KClO_3

3—4 % CaCl_2 ,

und der Rest bestand aus Wasser und geringen Mengen von kohlen-saurem Kalk, Gips und Eisenoxyd.

Das Durchschnittsmuster von einer Woche im April 1873 enthielt:

82,81 % KClO_3

4,59 - CaCl_2

10,40 - H_2O

2,20 - sonstige Verunreinigungen durch Differenz

100,00 %.

Die schmutzigen Mutterlaugenkrystalle gaben umkrystallisiert ausgezeichnete Rohkrystalle. Dieselben waren etwas grobkörniger als die gewöhnlichen Rohkrystalle, liefsen sich besser waschen und tropften auch besser ab. Ein Muster solcher Krystalle vom Juni 1873 enthielt:

88,33 % KClO_3

2,44 - CaCl_2

9,23 - H_2O und sonstiges durch Differenz

100,00 %.

Seitdem im Anfang des Jahres 1881 eine Centrifuge zum Waschen der Rohkrystalle benutzt wurde, konnte man den Gehalt derselben in dem Zustande, wie sie gewogen und zum Umkrystallisieren nach dem Krystallhause gebracht wurden, im Durchschnitt zu 84 bis 88 % KClO_3 und 2 % CaCl_2 annehmen.

Auch die reineren Portionen der schmutzigen Mutterlaugenkrystalle konnte man mit der Centrifuge derart waschen, daß dieselben mit einem Gehalt von 78 bis 80 % KClO_3 , 2 bis 3 % CaCl_2 und 2 bis 3 % Fe_2O_3 , Gips und kohlen-saurem Kalk sofort

als Rohkrystalle verwendet werden konnten. Man ersparte dadurch die ganze Operation des Umkrystallisierens und den dabei unvermeidlichen Verlust. Ein Versuch vom Februar 1881 gab folgendes Resultat: 2 Eimer voll Mutterlaugenkrystalle, also etwa 24 Liter, wurden in die Centrifuge gethan und mit 36 Litern Wasser gewaschen. Das ablaufende Waschwasser hatte 6° Tw.; 10 cem davon oxydierten 0,58 g DES und verbrauchten 1,0 cem Silberlösung. Die Proportion von Chlorid zu Chlorat war daher 0,77 : 1. Es war also bereits mehr Chlorat in Lösung gegangen, als Chlorid ausgespült wurde. Und dies genügte für das Waschen der Rohkrystalle vollständig.

Ausbeute an Rohkrystallen. Über die Ausbeute an Rohkrystallen ist folgendes zu bemerken. Es sollten liefern:

$$100 \text{ kg K Cl} \dots \dots \dots \frac{122,5}{74,5} \cdot 100 \text{ oder } 164,4 \text{ kg K Cl O}^3$$

$$100 \text{ kg Chlorkalium zu } 90 \% \text{ K Cl} \frac{122,5}{74,5} \cdot 90 \text{ oder } 148 \text{ kg K Cl O}^3.$$

$$\text{Endlich sollen } 100 \text{ kg Chlorkalium von } 90 \% \text{ K Cl } 148 \cdot \frac{100}{82}$$

oder 180,5 kg Rohkrystalle von 82 % KClO³ ergeben, wenn nämlich kein KClO³ mehr in der Mutterlauge gelöst bliebe. Nun blieben aber von einer Einkochung rund 5700 Liter erster Mutterlauge mit einem Gehalt von etwa 35 g KClO³ im Liter übrig, mithin verblieben ca. 200 kg KClO³ in der Mutterlauge gelöst. Die Ausbeute an KClO³ von einer Einkochung wechselte von 450 bis 550 kg KClO³ in Form von Rohkrystallen. Demnach erhielt man von je 100 kg überhaupt vorhandenen Kaliumchlorats:

- in Form von Rohkrystallen 69 kg bis 74 kg KClO³
- in der Mutterlauge gelöst 31 kg bis 26 kg KClO³,

oder für je 100 kg KClO³, welche in Form von Rohkrystallen erhalten wurden, blieben 44 kg bis 36 kg KClO³ in der Mutterlauge zurück. Rechnete man nur 1/3, so sollten 100 kg rohes Chlorkalium von 90 % KCl 120 kg Rohkrystalle von 82 % KClO³ liefern. Dies Verhältnis galt als Regel. Man war mit diesem Ertrage zufrieden, aber man konnte denselben vergrößern durch Benutzung der Fingerzeige, welche eine Kritik des Mutterlaugenchlorentwicklers darbot, wie später gezeigt werden wird. Die wirklich erhaltenen Mengen sind für mehrere Jahre in folgender Tabelle zusammengestellt:

Rohkrystalle.

Pro 100 kg Chlorkalium von 90—92 % K Cl wurden gewonnen:

Zeiten	1873	1874	1875	1876	1877	Durchschnitt
	kg	kg	kg	kg	kg	kg
Januar, Februar und März . . .	128,2	142,6	132,4	136,5	137,6	131,4
April, Mai und Juni	136,3	135,4	135,0	119,1	131,2	131,6
Juli, August und September . .	135,0	127,5	120,3	130,3	—	128,1
Oktober, November u. December	132,3	140,8	133,5	138,5	—	136,3
Jahresdurchschnitte	133,3	136,5	128,9	131,8	—	131,8 132,6

Mittel = 132,2

Diese Quantitäten umschliessen auch die Mutterlaugenkrystalle des Oktagonhauses und des Krystall- und Chlorathauses, wie sie im letzteren zur Auflösung gelangten. Das Mittel aus 4 Jahren: 132,2 kg ergab also gegen die theoretisch mögliche Menge von 180,5 kg eine Ausbeute von 73,2 % oder einen Verlust von Chlorat von 26,8 %.

Die erste Mutterlauge wurde, wie früher erwähnt, in einer zweiten Einkochung weiter eingengt, um dann die sogenannten Mutterlaugenkrystalle abzuschneiden, und zwar verdampfte man im Winter bis zu 72—78° Tw. und im Sommer bis zu 78—85° Tw., kalt gemessen. Bei dem bedeutenden Gehalt der ersten Mutterlauge an $KClO_3$ war es wichtig, festzustellen, bis zu welcher Dichte man dieselbe eindampfen mußte, um die größte Ausbeute an Mutterlaugenkrystallen zu erhalten. Zu diesem Zwecke wurde im September 1877 folgender Versuch im Laboratorium angestellt:

Die benutzte „erste Mutterlauge“ war diejenige einer sogen. „roten Einkochung“ von 13 000 Litern Oktagonlauge unter Zusatz von 457 kg Chlorkalium von 90 % K Cl, zu 6170 Litern von 58½° Tw. kalt gemessen. An Rohkrystallen waren 533,4 kg zu 82 % $KClO_3$ oder 437,4 kg $KClO_3$ daraus gewonnen worden.

Die Zuteilung von Chlorkalium war damals zu etwa 80 % der theoretisch erforderlichen Menge reduziert worden. Nahm man an, daß die Oktagonlauge ursprünglich zu 5,5 Mol. $CaCl_2$ auf je 1 Mol. $CaCl_2O_6$ enthielt, so wurde durch Zufügung von 0,80 Aeq. K Cl das Verhältnis der Chloride zu Chlorat wie:

$$6,3 : 1.$$

Die erste Mutterlauge enthielt in 1 Liter:

33,5 g KClO_3

353,0 g CaCl_2 (Total-Chloride),

also im ganzen 206,7 kg KClO_3 und 2178 kg CaCl_2 . Um die Proportion nach dem Eindampfen zu erfahren, hatte man also:

Chlorat aus Rohkrystallen	= 437,4 kg	= 644,1 kg	: 245 = 1
Chlorat in der Mutterlauge	= 206,7 -		
Total-Chloride als CaCl_2 berechnet		= 2178 -	: 111 = 7,45.

Das gesuchte Molekularverhältnis nach dem Eindampfen war also 7,45 : 1.

Setzte man nun $A = 6,3$ und $B = 7,45$, so ergab sich aus der Formel:

$$x = \frac{(B-A) \cdot 100}{B+1}$$

ein Verlust an Chlorat während des Eindampfens von

13,6 %

der ursprünglichen Menge.

Diese erste Mutterlauge, welche noch eine rote Färbung besaß, kalt gemessen $58\frac{1}{2}^\circ\text{Tw}$. oder zum Kochen erhitzt $52\frac{1}{2}^\circ\text{Tw}$. zeigte, wurde staffelweise in einer Porzellanschale weiter eingedampft bis zu einer Dichte von heiß 79 und kalt 85°Tw . Während der Zeit wurden 25 Muster gezogen zum Krystallisierenlassen, aber nur in 6 davon die in Krystallform erhaltene Menge von KClO_3 gewogen, zwei weitere Proben mißglückten. Vier andere Muster wurden wieder erwärmt, um die Krystalle wieder aufzulösen: die heiße Lösung wurde dann analysiert. Fünf Muster endlich wurden benutzt, um die über den Krystallen verbleibende kalte Mutterlauge zu untersuchen, so daß von den 25 Mustern im ganzen 14 zu analytischen Zwecken benutzt wurden. Die Werte für die dazwischen liegenden Muster wurden durch graphische Interpolation ermittelt. Die Resultate sind in umstehender Tabelle zusammengestellt:

Einige der Zahlenreihen, nämlich die Kolonnen 7, 11, 12, 13 und 14 sind auf Tafel V, Fig. 65, graphisch dargestellt, um von dem ungefähren Verlauf derselben eine Anschauung zu gewinnen. Die Tafel enthält noch eine Kurve für den Gehalt von KCl in der kalten Mutterlauge, welche in die Tabelle nicht aufgenommen worden ist.*)

*) Durch die Verkleinerung hat jede Kurve eine andere Längeneinheit für ihre Ordinaten erhalten.

Zunächst war auffallend, daß die Quantitäten des $KClO^3$, welche bei zunehmender Konzentration auskrystallisierten, eine Bocklinie, Kurve 7, beschrieben, mit dem Maximum bei 74^0 Tw. kalt gemessen, und daß infolgedessen der in der Mutterlauge gelöst verbliebene Rest von $KClO^3$ an dieser Stelle, Kurve 11, ein

° Twaddel der heißen Mutterlauge	1 cem der heißen Mutterlauge wog Gramme:		° korrigiertes Twaddel der kalten Mutterlauge	1 cem der kalten Mutterlauge wog Gramme:		Volumen des Musters in cem kalt gemessen	Gewicht des auskrystallisierten $KClO^3$ in Grammen	Gramme $KClO^3$ -Krystalle, welche 1000 cem Lauge gelieft haben würden	Die Krystalle in der Mutterlauge wieder aufgelöst; die heiße Lösung ergab:		Die kalte Mutterlauge enthielt in 1 Liter: Gramme:			
	1 cem der heißen Mutterlauge wog Gramme:	° korrigiertes Twaddel der kalten Mutterlauge		1 cem der kalten Mutterlauge wog Gramme:	Volumen des Musters in cem kalt gemessen				Gewicht des auskrystallisierten $KClO^3$ in Grammen	Gramme $KClO^3$ -Krystalle, welche 1000 cem Lauge gelieft haben würden	1 cem der heißen Lösung oxydierte Gramme DES	1 cem der heißen Lösung verbrauchte cem Silberlösung	Proportion von $CaCl^2 : CaCl^2 O^6 = 1$ gesetzt	Alles Chlorat als $KClO^3$ gesetzt
52 1/2	1.263	58 1/2	1.293	64	—	—	1.016	63	14.588	33.5	353	13.15	2.44	
54	1.270	60	1.300	73	—	21.8	1.065	65.7	14.5	34.37	366.3	13.44	2.54A	
56	1.280	63	1.315	55	—	23.2	1.131	69.7	14.5	36.2	386	14.17	2.65	
58	1.290	64 1/2	1.323	71	—	24.8	1.200	73	14.51	37.5	405	14.8	2.83	
59	1.295	65 1/2	1.328	75	—	25.5	1.204	74.2	14.5	38.0	414	15.0	2.9	
60	1.300	66 1/2	1.333	71	1.960	26.2	1.223	75.4	14.5	38.4	423	15.2	2.95	
61	1.305	67	1.335	63	—	27.0	1.242	76.6	14.5	38.5	433	15.3	3.0	
62	1.310	68	1.340	74	—	27.5	1.259	77.8	14.5	38.75	442	15.38	3.05	
63	1.315	68 1/2	1.343	74	—	28.5	1.276	78.8	14.5	38.8	451	15.39	3.1	
64	1.320	70	1.350	63	—	29.8	1.293	79.9	14.5	38.4	460	15.38	3.15	
65	1.325	70 1/2	1.353	64	—	31.5	1.310	81	14.5	37.75	469	15.3	3.2	
66	1.330	72	1.360	81	2.622	32.36	1.327	82	14.5	36.4	478	14.84	3.25	
67	1.335	73	1.365	68	—	36.6	1.344	83	14.56	33.00	484.24	14.00	3.3	
68	1.340	74	1.370	71	2.755	38.8	1.361	84	14.5	32.97	491.2	13.88	3.38B	
69	1.345	75	1.375	72	2.748	38.17	1.378	85	14.5	34.00	493.05	14.21	3.39	
70	1.350	76	1.380	59	2.150*	38.12	1.395	86	14.5	35.3	500	14.64	3.34	
71	1.355	77	1.385	67	2.551	38.08	1.412	87	14.5	36.3	506	15.01	3.45	
72	1.360	78	1.390	62	—	38.04	1.428	88	14.5	37.2	512	15.3	3.46	
73	1.365	79	1.395	68	—	38.0	1.444	89	14.5	38.25	518	15.6	3.5	
74	1.370	80	1.400	52	1.902*	37.96	1.460	90	14.5	39.0	524	15.94	3.52	
75	1.375	81 1/2	1.408	52	—	37.92	1.476	91	14.5	40.0	530	16.26	3.53	
76	1.380	82 1/2	1.413	58	—	37.88	1.492	92	14.5	41.0	536	16.59	3.54	
77	1.385	84	1.420	67	—	37.80	1.517	93	14.5	41.9	543.1	16.90	3.56C	
78	1.390	85	1.425	58	2.157	37.02	1.532	94	14.5	42.8	550	17.3	3.61	
79	1.395	85	1.425	52	—	36.90	1.546	95	14.5	43.7	556	17.61	3.7	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	

* Versuche mißglückt durch Temperaturzunahme im Laboratorium.

Minimum hatte. Aus demselben Grunde zeigte auch die Kurve 13 des Gesamtkaliumchlorates an dieser Stelle eine Einsenkung, weil der Gehalt von K Cl, Kurve 14, nahezu als gerade Linie verlief. Die Kolonne 12 — oder für die heiße Lauge auch die Kolonne 9 — welche alle Chloride als Ca Cl² berechnet enthält, könnte dazu benutzt werden, um die Volumenverminderung der Lauge während des Einkochens zu berechnen. Und zwar könnte dies deshalb geschehen, weil während des Einkochens in der Porzellanschale keine Zersetzung von Chlorat unter Bildung von Chlorid stattfand, wie Kolonne 10 bewies. Die Proportion von Chlorid zu Chlorat in der kalten Mutterlauge nach Entfernung des auskrystallisierten K Cl O³, blieb natürlich nicht konstant, ist aber nur für die drei Fälle A, B und C ausgerechnet worden. Ein Liter der kalten Mutterlauge enthielt:

	A	B	C
K Cl O ³ . . . =	34,37 g	32,97 g	41,00 g
K Cl =	4,85 -	6,46 -	6,80 -
Ca Cl ² . . . =	362,70 -	486,40 -	538,00 -
Proportion . . =	23,6 : 1	32,88 : 1	28,6 : 1.

Während des Eindampfens der Lauge blieb ihre rote Farbe noch bis zum Twaddel 66° heiß gemessen sichtbar und ging dann in ganz blasses Hellgelb über. Beim Twaddel 77° heiß gemessen blieb die Temperatur des Siedepunktes eine Zeitlang konstant und das Steigen des Twaddels verlangsamte sich. Die Siedepunkte während der letzten Grade waren folgende:

°Twaddel heiß	°Twaddel kalt	Siede- punkte
76	82,5	108° C.
77	84	109 -
77,5	84,5	110 -
78	85	112 -
79	85	113 -

Der Versuch lehrte also folgendes: Wenn man stets nur solche erste Mutterlauge erhielt, wie sie zum Versuche benutzt wurde und man im großen ebenfalls in Porzellangefäßen eindampfen könnte, und alle sonstigen Bedingungen in Bezug auf Raum, Zeit und Temperatur zur Auswahl hätte, so würde man am vorteilhaftesten nur bis zum Twaddel 68 oder 69° heiß, oder

74—75° Tw. kalt gemessen eindampfen und dann aus einem gegebenen Volumen der so weit eingedampften Lauge die größtmögliche Ausbeute von KClO_3 in krystallisierter Form erhalten. Während der kalten Monate konnte man diese Regel auch im großen und ganzen einhalten, aber während der wärmeren Zeit schien sich der ganze Kurvenkomplex der Tafel V nach der Seite der stärkeren Konzentration um einige Grade Twaddel zu verschieben, so daß man es hier geboten erachtete, die Mutterlauge selbst bis über 80° Tw., kalt gemessen, einzudampfen. Ein anderer Grund für stärkere Konzentration lag darin, daß die Mutterlauge seit Einführung des Mutterlauge-Chlorentwicklers zu einem Chlorspeicher wurde, in welchem man das unvermeidlich in Lösung bleibende Kaliumchlorat durch Calciumchlorat zu ersetzen suchte, indem man die bei den Einkochungen zuzusetzende Chlorkaliummenge reduzierte. Eine solche Mutterlauge, welche viel $\text{CaCl}_2 \cdot \text{O}^6$ enthielt, wurde namentlich im Sommer bis 80° Tw, und gelegentlich auch darüber eingedampft, weil sie bei geringerer Konzentration eine gar zu dürftige Ausbeute an Krystallen lieferte.

Die chemische Untersuchung der Mutterlauge geschah auf folgende Weise: War dieselbe durch suspendiertes Eisenoxyd trübe, so wurde sie zunächst abfiltriert, sonst konnte sie auch sofort in Angriff genommen werden. 20 ccm derselben wurden zu 200 ccm verdünnt; 10 ccm daraus (also 1 ccm Mutterlauge) wurden mit 1,2 bis 1,3 g DES (Mol. = 392) behandelt und der Überschufs mit Chamäleonlösung zurücktitriert.

Analyse der Mutterlauge.

$$\begin{aligned} 1 \text{ g DES (392)} &= 0,0520893 \text{ g KClO}_3 \\ &= 0,044005 \text{ g CaCl}_2 \cdot \text{O}^6. \end{aligned}$$

Mitunter machte man diese Bestimmung auch mit dem einfachen schwefelsauren Eisenoxydul, $\text{FeSO}^4 + 7 \text{ aq}$ (Mol. = 278), in ganz ähnlicher Weise:

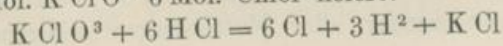
$$1 \text{ g FeSO}^4 + 7 \text{ aq} = 0,07344 \text{ g KClO}_3.$$

Endlich benutzte man auch zur Kontrolle noch eine andere Methode: Ein gemessenes Volumen der Mutterlauge wurde durch HCl zersetzt und das dabei entwickelte Chlor in eine Vorlage mit Vierzigstel-Normallösung von arseniger Säure überdestilliert; der Überschufs an arseniger Säure wurde dann mit Jodlösung zurücktitriert:

$$1 \text{ ccm } \frac{\text{Normal}}{40} \text{ Arsenigsäurelösung} = 0,00204167 \text{ g KClO}_3$$

(nämlich = $\frac{1}{60}$ Mol),

denn da 1 Mol. KClO_3 6 Mol. Chlor liefert:



und die Arsenigsäurelösung für $\frac{1}{4}$ Mol. As^2O^3 ein Mol. Cl gebrauchte, um zu As^2O^5 oxydiert zu werden, so zeigt $\frac{1}{4}$ Mol. As^2O^3 , d. h. 1 ccm der Normallösung $\frac{1}{6}$ Mol. K Cl O^3 an.

5 ccm aus der Maßflasche (also 0,5 ccm Mutterlauge) wurden mit Kaliumchromat als Indikator mit Silberlösung titriert (17 g Ag NO^3 im Liter):

$$1 \text{ ccm Silberlösung} = 0,00555 \text{ g Ca Cl}^2.$$

10 ccm der Mutterlauge, direkt abgemessen, wurden in etwa 100 ccm einer alkoholischen Lösung von Platinchlorid einlaufen gelassen. Nach einigen Stunden hatte sich der Niederschlag abgesetzt, und die darüber stehende klare Flüssigkeit mußte die Farbe des überschüssigen Platinchlorids zeigen. Erschien die Farbe zu schwach, so wurde noch mehr Platinchlorid zugefügt. Nach 12 bis 24 Stunden wurde das Kaliumplatinchlorid (Mol. 489) auf ein tariertes Filter abfiltriert, mit Alkohol ausgewaschen, bis ein Tropfen auf Platinblech verdampft, keinen Rückstand mehr hinterließ, bei 110°C . im Luftbade getrocknet und gewogen.

$$1 \text{ g K}^2 \text{ Pt Cl}^6 = 0,1595 \text{ g K} \\ = 0,50102 \text{ g K Cl O}^3$$

$$1 \text{ g K Cl O}^3 = 0,3184 \text{ g K}.$$

Bei genaueren Analysen wurde jede Bestimmung, für gewöhnlich aber nur die Kaliumbestimmung zweimal ausgeführt und das Mittel genommen.

Es traten in der Regel zwei Fälle ein: Entweder wurde mehr Kalium gefunden, als dem K Cl O^3 entsprach, dann wurde der Überschufs an K als K Cl berechnet:

$$1 \text{ g K} = 1,91038 \text{ g K Cl}$$

und dessen Äquivalent von dem Gesamt- Ca Cl^2 abgezogen,

$$1 \text{ g K Cl} = 0,745 \text{ g Ca Cl}^2,$$

— oder es wurde weniger Kalium gefunden, als dem K Cl O^3 entsprach, dann wurde die gefundene Kaliummenge als K Cl O^3 berechnet:

$$1 \text{ g K} = 3,141 \text{ g K Cl O}^3$$

und von der Gesamtmenge von K Cl O^3 abgezogen. Die Differenz an K Cl O^3 wurde dann als $\text{Ca Cl}^2 \text{ O}^6$ berechnet:

$$1 \text{ g K Cl O}^3 = 0,8449 \text{ g Ca Cl}^2 \text{ O}^6.$$

In diesem Falle war also ein Mangel an K eingetreten:

$$1 \text{ g Ca Cl}^2 \text{ O}^6 = 0,377 \text{ g K}.$$

Grenzfall.

Nur einmal trat der Grenzfall ein, dafs genau so viel K gefunden wurde, als dem gefundenen K Cl O^3 entsprach: Es war das Durchschnittsmuster aller Mutterlaugen während der Zeit

vom 1. September bis 3. Oktober 1877; Twaddel 80°. 1 Liter enthielt:

40,44 g	K Cl O^3
0,00	- K Cl
0,00	- $\text{Ca Cl}^2 \text{ O}^6$
512,82	- Ca Cl^2
846,74	- $\text{H}^2 \text{ O}$
<hr/>	
1400,00	g.

Man hatte während der genannten Zeit im Durchschnitt 86 % der theoretisch erforderlichen Menge an Chlorkalium angewendet.

Von der letzten Mutterlauge zog man in folgender Weise Durchschnittsmuster: Von jedem Kühler, welcher entleert wurde, um die Krystalle herauszunehmen, indem man entweder die Mutterlauge einfach fortlaufen liefs, wie bis 1877, oder indem man dieselbe zum Mutterlaugen-Chlorentwickler pumpte, wurde ein kleines Muster gezogen; alle Muster einer Woche wurden miteinander vermischt und die Mischung wurde analysiert. Häufig aber wurden zur Kontrolle auch noch specielle Muster von einzelnen Kühlern entnommen.

Muster-
ziehung.

Die äufsersten Grenzen, welche je beobachtet wurden, lagen bei 70° Tw. und 92° Tw. Der Gehalt an Chlorat in jener Lauge betrug 19,6 g K Cl O^3 , in dieser 54,79 g als K Cl O^3 gerechnet. Der Gehalt der Laugen von derselben Dichtigkeit wechselte mit den Jahreszeiten, so dafs z. B. Laugen von 74° Tw. erhalten wurden, welche im Winter 20 g K Cl O^3 , im Sommer aber 40 g K Cl O^3 enthielten. Um aus der grofsen Anzahl der vorliegenden Analysen ein klares Bild von der Zusammensetzung der Mutterlauge zu erhalten, sind in folgender Tabelle die Jahresdurchschnitte aus zwei Fabriken zusammengestellt:

James Muspratt & Sons in Liverpool:

Jahr	°Twaddel	Gramme pro Liter			
		Total- Ca Cl ²	K Cl O ³	K	K in Über- schufs als K Cl
1872	75,5	500,2	29,91	14,09	4,57
1873	75	—	26,06	9,94	1,70
1874	77,5	—	28,24	13,03	4,04
1875	78	—	35,10	13,20	2,00
1872—75	76,5	—	29,83	12,57	3,08

James Muspratt & Sons in Widnes:

Jahr	°Twaddel	Gramme pro Liter			
		Total-Ca Cl ²	K Cl O ³	K	K in Überschufs als K Cl
1872	76,6	—	24,11	17,84	10,20
1873	81,4	—	30,73	16,76	7,00
1874	79,7	—	33,47	14,55	3,89
1875	78,3	—	33,86	12,97	2,18
1872—75	79,0	—	30,54	15,53	5,82

Reduktion des Chlorkaliumzusatzes. Seit dieser Zeit fing man in Widnes an, die bei den Einkochungen zugefügten Chlorkaliummengen zu reduzieren, und die Jahresdurchschnitte von 1876 und 1877 lassen die Wirkung hiervon erkennen: Statt des K Cl trat nun Ca Cl² O⁶ auf:

Jahr	°Twaddel	Gramme pro Liter				
		Ca Cl ²	Total-K Cl O ³	K	Wirkliches K Cl O ³	Ca Cl ² O ⁶
1876	77,6	504,1	41,66	11,79	36,68	4,21
1877	79	496,1	44,82	11,05	34,70	8,55

Um auch die Wirkung der Jahreszeiten zur Darstellung zu bringen, sind für die folgenden Jahre, 1877 einbegriffen, bis 1881 die Durchschnitte der entsprechenden Quartale zusammengestellt worden:

Jahreszeit	°Twaddel	Gramme pro Liter				
		Ca Cl ²	Total-K Cl O ³	K	Wirkliches K Cl O ³	Ca Cl ² O ⁶
Januar, Februar u. März 1877—1881	75,8	480,6	40,081	10,017	31,453	7,712
April, Mai und Juni 1877—1880	78,9	493,7	45,761	10,593	33,298	10,590
Juli, August u. Septemb. 1877—1880	80,6	513,5	51,739	12,604	39,711	10,207
Oktbr., Nov. u. Dezemb. 1877—1880	76,5	484,3	39,747	10,283	32,300	7,445
1877—1881	77,9	493,0	44,82	10,874	34,190	8,974

Aus diesen Tabellen ist ersichtlich, daß die Menge des $KClO^3$, welche in der Mutterlauge gelöst bleibt, mit dem Gehalt derselben von überschüssigem $CaCl^2O^6$ zunimmt. Man könnte dies als einen Nachteil auffassen; jedoch der Erfolg lehrte, daß man mit Benutzung des Mutterlaugenchlorentwicklers auf diese Weise billiger fabrizierte.

Alle täglichen und die wöchentlichen Durchschnittsproben, welche auf diesen Teil der Fabrikation bis zur Herstellung der Rohkrystalle Bezug hatten, wurden in ein Buch eingetragen, welches das „Oktagon-Laugenbuch“ genannt wurde und die Einrichtung umstehender Tabelle besaß. (Es sind aus mehreren Jahren beliebige Tage herausgegriffen worden):

Die chemische Kontrolle der Arbeit im Krystall- und Chlorat-Krystallhaus. hause beschränkte sich auf folgende Punkte:

Um zu sehen, ob die Feinkrystalle in den Drainern genügend gewaschen worden sind, wurden von jedem Drainer nahe dem Boden an zwei Stellen Muster entnommen und etwas über $100^{\circ}C$. im Luftbade getrocknet. 10 g davon wurden in Wasser gelöst, mit Chromat versetzt und mit Silberlösung titriert.

1 cem Silberlösung = 0,00555 g $CaCl^2$.

Bis zum Mai 1876 durfte das Chlorat 0,0555 % $CaCl^2$ enthalten, seit dieser Zeit nur noch höchstens 0,04 %. Andere Fabriken behaupteten, vollständig chloridfreies Chlorat zu erzeugen, wie z. B. die Aufsiger Fabrik im Jahre 1879.

Da das Auswaschen in den Drainern ziemlich viel Zeit erforderte, so machte man im Februar 1881 den Versuch, hierzu eine Centrifuge zu benutzen:

Die ungewaschenen Feinkrystalle, wie sie aus den Krystall-Versuch mit Centrifuge.sierkästen kamen, enthielten:

8,83 % H^2O
0,39 - $CaCl^2$
90,78 - $KClO^3$ durch Differenz.
<hr/>
100,00 %

oder 0,427 % $CaCl^2$ auf trockene Substanz berechnet. Zwei Eimer voll dieser Krystalle — jeder Eimer etwa 12 Liter enthaltend — wurden in die Maschine gethan, ein Eimer voll Wasser darauf gegossen und centrifugiert. Das Washwasser floß mit $8^{\circ}Tw$.

Oktagon-

Datum	No. der Oktagone	° Twaddel	Gramme DES, oxydirt durch 1 cem Lauge	von N ₂ Silberlösung für 1 cem Lauge	Proportion von Ca Cl ² : Ca Cl ² O ²	kg Chlorcalcium	No. der Krystallisierungen	Ausbeute an kg Rohkrystallen	Mutterlängen		Bemerkungen
									° Twaddel	g K Cl O ² in 1 Liter	
1872											
Septbr.	9	1 u. 3	32	1,22	27,0	5,4 : 1	508	—	77,5	28,08	Eine Einkochung = 12 568 Liter Lauge.
"	17	4 u. 6	31 1/2 u. 32	1,24	27,6	5,3 : 1	520	—	73,5	24,78	Mutterlange: Durchschnittsmuster vom 30. August bis 12. September. K = 23,29; 15,97 g im Überschuss als K Cl.
"	27	5 u. 7	31 1/2 u. 32	1,07	23,8	5,3 : 1	406	—	78	24,23	Mutterlange (10 Tage), 20,00 g K; 13,23 gr K im Überschuss.
Oktober	29	4 u. 6	30	1,13	24,2	5,0 : 1	432	—	—	—	3,02 g Ca Cl ² O ² im Liter.
Novbr.	20	2 u. 3	27 1/2 u. 31	0,89	24,4	6,4 : 1	394	—	72	18,05	1,23 g Hypochlorit im Liter.
"	21	5 u. 7	27	1,00	23,0	5,5 : 1	444	—	—	—	1,23 g Hypochlorit im Liter.
"	22	4 u. 6	30 1/2 u. 32 1/2	1,20	27,4	5,4 : 1	521	—	76 1/2	20,31	1,23 g Hypochlorit im Liter.
1873											
April	9	1 u. 3	32 1/2 u. 33 1/2	1,25	29,0	5,4 : 1	533	4	521	—	Die Oktagonlange durch Zufügung von Kalkpulver in den Klärgefäßen alkalisch gemacht.
"	10	5 u. 7	25 1/2	0,95	22,0	5,4 : 1	419	2	546	72	20,41
"	12	4 u. 6	30	1,11	27,0	5,7 : 1	495	10	610	—	—
"	13	1 u. 3	31	1,14	27,4	5,6 : 1	495	9	673	72	21,77
"	15	2 u. 3	28	1,06	24,0	5,4 : 1	470	6	622	74	21,97
"	18	1 u. 3	30 1/2	1,11	26,4	5,6 : 1	444	4	546	89 1/2	51,01
"	24	4 u. 6	28	1,02	24,4	5,6 : 1	406	9	444	92	51,07
Juli	1	4 u. 6	30	1,13	26,6	5,5 : 1	470	6	470	92	54,29
August	8	5 u. 7	33	1,31	29,0	5,6 : 1	508	9	660	—	—
"	11	1 u. 3	32	1,11	28,1	5,6 : 1	457	2	660	77	46,30
Novbr.	13	5 u. 7	33	1,21	29,2	5,6 : 1	495	2	699	80	18,74
Dezbr.	18	4 u. 5	30	1,07	25,0	5,4 : 1	432	4	699	80	28,24
1874											
Januar	28	6 u. 7	30	1,10	26,0	5,4 : 1	444	7	584	75	21,45
"	4	u. 5	30	1,08	25,4	5,4 : 1	432	8	635	—	—
März	16	2 u. 3	29	1,07	24,0	5,3 : 1	444	3	711	—	—
"	17	5 u. 7	32	1,21	29,0	5,6 : 1	508	4	711	75	31,29
"	18	4 u. 6	29	1,07	26,0	5,5 : 1	444	5	622	80	38,50

ab. Dann wurde noch ein Eimer Wasser langsam während des Drehens aufgegossen. Das zuletzt abfließende Waschwasser hatte 6° Tw., 1 cem davon oxydierte 0,712 g DES und verbrauchte 0,21 cem Silberlösung*). Die Proportion von Chlorid zu Chlorat war daher 0,67 : 1.

*) Hierbei wurde die kleine Menge Chlorid vernachlässigt, welche schon von vornherein in dem zum Waschen benutzten Wasser enthalten war.

Laugenbuch.

Datum	No. der Oktagone	° Twaddel	Gramme DES, oxydirt durch 1 cem Lauge	von N ₂ Silberlösung für 1 cem Lauge	Proportion von Ca Cl ² : Ca Cl ² O ²	kg Chlorcalcium	No. der Krystallisierungen	Ausbeute an kg Rohkrystallen	Mutterlängen		Bemerkungen
									° Twaddel	g K Cl O ² in 1 Liter	
1872											
Septbr.	9	1 u. 3	32	1,22	27,0	5,4 : 1	508	—	77,5	28,08	Eine Einkochung = 12 568 Liter Lauge.
"	17	4 u. 6	31 1/2 u. 32	1,24	27,6	5,3 : 1	520	—	73,5	24,78	Mutterlange: Durchschnittsmuster vom 30. August bis 12. September. K = 23,29; 15,97 g im Überschuss als K Cl.
"	27	5 u. 7	31 1/2 u. 32	1,07	23,8	5,3 : 1	406	—	78	24,23	Mutterlange (10 Tage), 20,00 g K; 13,23 gr K im Überschuss.
Oktober	29	4 u. 6	30	1,13	24,2	5,0 : 1	432	—	—	—	3,02 g Ca Cl ² O ² im Liter.
Novbr.	20	2 u. 3	27 1/2 u. 31	0,89	24,4	6,4 : 1	394	—	72	18,05	1,23 g Hypochlorit im Liter.
"	21	5 u. 7	27	1,00	23,0	5,5 : 1	444	—	—	—	1,23 g Hypochlorit im Liter.
"	22	4 u. 6	30 1/2 u. 32 1/2	1,20	27,4	5,4 : 1	521	—	76 1/2	20,31	1,23 g Hypochlorit im Liter.
1873											
April	9	1 u. 3	32 1/2 u. 33 1/2	1,25	29,0	5,4 : 1	533	4	521	—	Die Oktagonlange durch Zufügung von Kalkpulver in den Klärgefäßen alkalisch gemacht.
"	10	5 u. 7	25 1/2	0,95	22,0	5,4 : 1	419	2	546	72	20,41
"	12	4 u. 6	30	1,11	27,0	5,7 : 1	495	10	610	—	—
"	13	1 u. 3	31	1,14	27,4	5,6 : 1	495	9	673	72	21,77
"	15	2 u. 3	28	1,06	24,0	5,4 : 1	470	6	622	74	21,97
"	18	1 u. 3	30 1/2	1,11	26,4	5,6 : 1	444	4	546	89 1/2	51,01
"	24	4 u. 6	28	1,02	24,4	5,6 : 1	406	9	444	92	51,07
Juli	1	4 u. 6	30	1,13	26,6	5,5 : 1	470	6	470	92	54,29
August	8	5 u. 7	33	1,31	29,0	5,6 : 1	508	9	660	—	—
"	11	1 u. 3	32	1,11	28,1	5,6 : 1	457	2	660	77	46,30
Novbr.	13	5 u. 7	33	1,21	29,2	5,6 : 1	495	2	699	80	18,74
Dezbr.	18	4 u. 5	30	1,07	25,0	5,4 : 1	432	4	699	80	28,24
1874											
Januar	28	6 u. 7	30	1,10	26,0	5,4 : 1	444	7	584	75	21,45
"	4	u. 5	30	1,08	25,4	5,4 : 1	432	8	635	—	—
März	16	2 u. 3	29	1,07	24,0	5,3 : 1	444	3	711	—	—
"	17	5 u. 7	32	1,21	29,0	5,6 : 1	508	4	711	75	31,29
"	18	4 u. 6	29	1,07	26,0	5,5 : 1	444	5	622	80	38,50

Die auf diese Weise mit ihrem eigenen Volumen Wasser gewaschenen Krystalle enthielten:

$$\begin{aligned}
 &6,910 \% \text{ H}^2 \text{O} \\
 &0,967 - \text{Ca Cl}^2 \\
 &93,023 - \text{K Cl O}^2 \text{ durch Differenz} \\
 &100,000 \%
 \end{aligned}$$

oder auf trockene Substanz berechnet 0,072 % Ca Cl².

Da dieser Chlorcalciumgehalt noch zu hoch war, so wurden die Krystalle herausgenommen und zum Fertigwaschen in einen Drainer gethan.

Die Maschine wurde darauf mit einer neuen Quantität von zwei Eimern voll denselben ungewaschenen Feinkrystallen beschickt, welche wieder in derselben Weise behandelt wurden. Nachdem 2 Eimer Wasser durchgegangen waren, lief das Waschwasser mit $6\frac{1}{2}^{\circ}$ Tw. ab. 1 ccm davon oxydierte 0,849 g DES und erforderte 0,4 ccm Silberlösung. Das Molekularverhältnis von Chlorid zu Chlorat war daher 0,11 : 1.

Dann wurde während des Drehens ein dritter Eimer Wasser aufgegossen: Das Waschwasser zeigte zuletzt 6° Tw.; 1 ccm davon oxydierte 0,851 g DES und verbrauchte 0,12 ccm Silberlösung. Die Proportion war also 0,033 : 1.

Die Krystalle, welche in dieser Weise mit ihrem $1\frac{1}{2}$ fachen Volumen Wasser gewaschen worden waren, enthielten:

$$\begin{array}{r} 5,310 \% \text{ H}^2\text{O} \\ 0,021 - \text{Ca Cl}^2 \\ \hline 94,669 - \text{K Cl O}^3 \text{ durch Differenz} \\ \hline 100,000 \% \end{array}$$

oder auf trockene Substanz berechnet $0,022 \% \text{ Ca Cl}^2$. Dieselben konnten in diesem Zustande sofort auf die Trockenbetten gebracht werden.

Drainer. Ein Muster derselben Feinkrystalle, welche in gewöhnlicher Weise im Drainer gewaschen worden waren, mit etwa $\frac{3}{4}$ bis höchstens 1 Volumen Wasser, enthielt $0,028 \% \text{ Ca Cl}^2$ im trockenen Zustande. Ein anderes Muster von einem anderen Drainer nur $0,017 \%$.

Beim Waschen der Feinkrystalle handelte es sich nicht darum, blofs die äufserlich haftende Mutterlauge hinauszuschleudern, sondern auch die Mutterlauge, welche zwischen den Lamellen der großen, flachen Krystalle eingeschlossen war, und welche nur an den Bruchflächen mit kapillaren Spalten mit dem Waschwasser in Berührung kam, durch eine Art von Osmose zu verdrängen. Das Waschen erforderte daher naturgemäfs eine gewisse Zeit, und konnte dann mit etwa der Hälfte des Wassers bewirkt werden, welches die Centrifuge verlangte. Bei den Rohkrystallen war die Centrifuge am Platze, weil dieselben meistens aus harten, geschlossenen Körnern bestanden, die verhältnismäfsig wenig Mutterlauge umschlossen. Für die Feinkrystalle wurde daher die Centrifuge nicht angewendet, sondern man blieb bei den bewährten Drainern.

Von den Trockenbetten, auf denen ja die Krystalle gut durcheinander gemischt wurden, wurden noch Kontrollmuster gezogen und auf ihren CaCl^2 -Gehalt geprüft. Gegen Ende des Austrocknungsprozesses nahm man wieder ein Durchschnittsmuster vom ganzen Bett, um dasselbe auf seinen Feuchtigkeitsgehalt zu untersuchen. 10 g wurden in einem Porzellantigel etwas über 100°C getrocknet und dürften nicht mehr als höchstens 0,25 % Wassergehalt ergeben.

Trockenes
Chlorat.

Schließlich wurde noch das gemahlene Chlorat, wie es aus der Mühle kam, ferner in einzelnen Fässern oder sendungsweise auf CaCl^2 geprüft.

Die fertigen Chloratkrystalle enthielten im Durchschnitt:

0,20 % H^2O
99,77 - KClO^3
0,03 - CaCl^2
<hr/>
100,00 %.

Für das gemahlene Chlorat, welches ja zweimal getrocknet wurde, konnte man folgende Zusammensetzung im Mittel annehmen:

0,15 % H^2O
99,82 - KClO^3
0,03 - CaCl^2
<hr/>
100,00 %.

Auf einen etwaigen Bleigehalt wurde das Chlorat nie untersucht¹⁾. Es kam vor, daß sich die auf den Trockenbetten ausgebreiteten feuchten Krystalle gelblich färbten, wenn von einem anderen Teile der Fabrik Schwefelwasserstoffgas durch den Wind nach dem Chlorathause geführt wurde. Man konnte diese Erscheinung nur einem geringen Bleigehalt der Feinkrystalle zuschreiben, da ein Eisengehalt sehr viel unwahrscheinlicher war. In solchem Falle mußten die Krystalle nochmals gewaschen, oder, wenn sie dadurch nicht farblos zu erhalten waren, wieder aufgelöst werden.

Auf einen Gehalt an salpetersaurem Kali wurde das Chlorat ebenfalls nicht untersucht. Vergl. Seite 5 bis 7.

Über die Resultate des Krystall- und Chlorathauses wurde ein Buch geführt, aus welchem hier drei Wochen herausgegriffen sind, um die Einteilung desselben zu erläutern²⁾:

¹⁾ Vergleiche Hilger, Wagner's Jahresb. 1871, 446.

²⁾ Die Gewichtsangaben sind dabei in Cwts. à 50,8 kg gemacht

Krystall- und

Datum 1881	Rohkrystalle vom Orlaugen- haus		Aufgelöste Menge		Twaddel vor nach dem Auf- lösen	Nummern der Krystall- Ansetz-	Datum der Herausnahme der Krystalle 1881
	Rohkrystalle im Vorrat	Roh- krystalle	Mutterlauge- krystalle von hier	Cwts.			
Januar	Cwts.	Cwts.	Cwts.	Cwts.			Januar
Donnerstag 20	12	—	12	—	10 24	13 u. 14	Freitag 28
Freitag 21	11 1/2	—	11 1/2	1/2	10 24	15 u. 16	" "
Sonnabend 22	15 1/2	3 1/2	12	—	10 24	17 u. 18	Sonnabend 29
" "	13 1/2	5	12	—	10 24	21 u. 22*	Montag 31
Montag 24	11 1/2	4 1/2	12	—	10 24	23 u. 24	" "
" "	11 1/2	4	12	—	10 24	19 u. 20	Februar
Dienstag 25	—	—	4	8	10 24	1 u. 2*	Dienstag 1
Mittwoch 26	11	—	11	1	10 24	3 u. 4	Mittwoch 2
" "	12	—	12	—	10 24	5 u. 6	Dienstag 1
" "	—	—	—	—	—	—	Mittwoch 2
Donnerstag 27	11	—	11	1	10 24	7 u. 8	Donnerstag 3
" "	11 1/2	—	11 1/2	1/2	10 24	9 u. 10	" "
Freitag 28	11	—	11	1	10 24	11 u. 12	Freitag 4
" "	12	—	12	—	10 24	13 u. 14	Sonnabend 5
Sonnabend 29	12 1/2	1/2	12	—	10 24	15 u. 16	Montag 7
Montag 31	—	—	1/2	11 1/2	10 24	17 u. 18	" "
Februar							
Dienstag 1	12 1/2	1/2	12	—	10 24	21 u. 22	Dienstag 8
" "	12 1/2	1	12	—	10 24	23 u. 24*	Mittwoch 9
Mittwoch 2	13	2	12	—	10 24	19 u. 20	" 1
" "	11	1	12	—	10 24	3 u. 4	Donnerstag 10
Donnerstag 3	11	5 1/2	18	—	0 22	1 u. 2	Freitag 11
" "	11 1/2	12	—	—	10 24	5 u. 6	Sonnabend 12
Freitag 4	10	3 1/2	3 1/2	8 1/2	10 24	7 u. 8	Montag 14
Sonnabend 5	12	—	12	—	10 24	9 u. 10	Dienstag 15
Montag 7	11	—	12	—	10 24	11 u. 12	" 1
" "	13*	—	12	—	10 24	13 u. 14	Mittwoch 16
Dienstag 8	12	—	12	—	10 24	15 u. 16	" "
Mittwoch 9	11	—	11	1	10 24	17 u. 18	Donnerstag 17
" "	12	—	12	—	10 24	21 u. 22	Freitag 18
Donnerstag 10	10 1/2	—	10 1/2	7 1/2	0 22	23 u. 24	Sonnabend 19
Freitag 11	8	—	8	4	10 24	19 u. 20	Montag 21
Sonnabend 12	12	—	12	—	10 24	1 u. 2	" "

Chlorat-Haus.

Gepackt		Fort- geschickt		In Vorrat		8 Cwts. in 20 Chlorat	Bemerkungen
Gemahlen	Krystalle	Gemahlen	Krystalle	Gemahlen	Krystalle		
Cwts.	Cwts.	Cwts.	Cwts.	Cwts.	Cwts.		
3	7	—	—	5	346	0,04	
7	6	—	25	12	327	0,06	* Mutterlauge-Krystalle.
—	13	—	—	12	340	—	* Kasten 19 und 20 in Reparatur.
5	20	—	60	17	300	0,03	
3	—	20	100	—	200	0,06	* Mutterlauge mit 17* Tw. ausge- schaltet.
5	21	—	—	5	221	0,06	Letzte Woche 90 Cwts. gepackt.
—	8	—	—	5	229	—	
8	10	—	—	13	239	0,08	
—	14	—	—	13	253	—	
—	19	—	—	13	272	0,08*	* Vom Trockenbett.
2	10	—	—	15	282	0,07	* Mutterlauge hinausgeschickt.
8	11	—	60	23	233	0,01	Letzte Woche 90 Cwts. gepackt.
3	9	—	—	26	242	0,02	
—	8	—	—	26	250	—	
—	14	—	—	26	264	0,03	
—	13	—	—	26	277	—	* Mutterlaugekrystalle.
9	16	—	—	35	293	—	
—	13	—	—	35	306	—	Letzte Woche 85 Cwts. gepackt.
—	12	—	—	35	318	—	
5	8	—	—	40	326	0,06	
—	10	—	—	40	336	—	

Technische und kommerzielle Kritik der Fabrikation.

Um chlorsaures Kali ökonomisch zu fabrizieren, kommt es in erster Linie darauf an, die teuersten Rohmaterialien: Chlor — oder was dasselbe sagen will: Salzsäure — und Chlorkalium so gut als möglich auszunützen. Denn gerade bei diesen Rohmaterialien kann jede Unregelmäßigkeit oder ein Versehen empfindliche Verluste verursachen und ist durch direkte Einwirkung des Fabrikleiters eine Sparsamkeit innerhalb gewisser Grenzen möglich. Erst in zweiter Linie kommt der Verbrauch an Kohlen in Betracht. Die Ausgaben für Arbeitslöhne und Reparaturen, für Kalk etc. bilden kleinere Posten.

Chlorkalium-
verbrauch.

In England verursachte, da die Salzsäure nur einen geringen Wert hatte, das Chlorkalium die Hauptausgabe in der Fabrikation. Solange man für chlorsaures Kali noch 9 Pence pro Pfund oder 165 Mark pro 100 kg erhielt, wie im Anfang der siebziger Jahre, brauchte man im Chlorkaliumverbrauch nicht sonderlich sparsam zu sein. Als aber der Marktpreis seit Mitte und Ende der siebziger Jahre auf 7 Pence pro Pfund oder 124 Mark pro 100 kg und auf noch weniger zurückging, machte sich das Bedürfnis der Sparsamkeit doch geltend, namentlich auch in Anbetracht der allgemeinen gedrückten Lage der ganzen Alkaliindustrie.

Theoretisch sollten 100 kg Chlorkalium von 90 % K Cl 148 kg Kaliumchlorat ergeben. Man erhielt aber immer erheblich weniger. Bis zum Jahre 1878 ließ man die Mutterlauge als unverwertbar einfach weglaufen. Aber während dieselbe früher einen erheblichen Überschufs an unbenutztem K Cl aufwies, fing man seit April 1877 an, den Chlorkaliumzusatz bei den Einkochungen derart zu reduzieren, daß statt des K Cl-Überschusses ein solcher von Calciumchlorat in der Mutterlauge verblieb.

Bis zu dieser Reduktion hatte man gewöhnlich die theoretisch erforderliche Menge oder mindestens 95 % derselben angewandt

und damit Resultate erhalten, die, in Jahresdurchschnitten und nach den Quarteln zusammengefaßt, in folgender Tabelle enthalten sind. 100 kg Chlorkalium ergaben:

Zeit	1873	1874	1875	1876	Mittel
	kg	kg	kg	kg	kg
Januar, Februar und März . . .	90,0	114,9	113,0	104,5	105,6
April, Mai und Juni	116,2	117,3	96,4	91,1	105,3
Juli, August und September	114,6	100,0	106,3	102,0	105,7
Oktober, November u. Dezember	107,1	127,0	93,7	116,7	111,1
Jahresdurchschnitte	98,3	107,1	103,5	100,8	106,9 102,4

Mittel = 104,7

fertiges Kaliumchlorat. Die Durchschnitte sind nach den wirklich verbrauchten und erhaltenen Gewichtsmengen berechnet. Das Mittel aus diesen 4 Jahren: 104,7 kg zeigte also im Vergleich zu der theoretisch möglichen Menge von 148 kg eine Ausbeute von nur 70,8 % oder einen Chloratverlust von:

29,2 %.

Dieser Verlust setzte sich zusammen aus mechanischen und chemischen Verlusten, welche nicht leicht voneinander zu trennen waren. Bis zum Stadium der Rohkrystalle war ein Verlust von 26,8 % gefunden worden, und dieser Verlust umschloß schon die Verluste durch Zersetzung von Chlorat während des Eindampfens der Mutterlauge n hüben und drüben. Die Zunahme des Verlustes um 2,4 % während des Umkrystallisierens muß also wesentlich auf mechanische Ursachen zurückgeführt werden.

Seit Reduktion des Chlorkaliumzusatzes ergaben 100 kg Chlorkalium folgende Mengen an fertigem Chlorat:

Zeit	1877	1878	1879	1880	Mittel
	kg	kg	kg	kg	kg
Januar, Februar und März . . .	117,1	107,5	122,0	113,7	115,1
April, Mai und Juni	109,7	111,1	115,0	102,0	109,5
Juli, August und September	101,0	109,7	107,5	97,1	103,8
Oktober, November u. Dezember	115,0	113,7	113,7	105,2	111,9
Jahresdurchschnitte	110,7	110,5	114,5	104,5	110,1 110,1

Mittel = 110,1.

8*

Größte Aus-
beute.

Als Durchschnitt aus diesen 4 Jahren war also die Produktion auf 110,1 kg oder auf 74,4 % der theoretischen Gröfse ge-
hen worden, während der Verlust auf:

25,6 %

herabgedrückt worden war; allerdings auf Kosten von Chlor oder Salzsäure. Hiermit scheint zugleich die äußerste Grenze der Ökonomie in Bezug auf Chlorkalium erreicht, ja eigentlich schon überschritten zu sein.

Aus der Tabelle ist auch ersichtlich, dafs man im Jahre 1880 bereits von der großen Reduktion des Chlorkaliumzusatzes zurückkehrte zu einem reichlicheren Zusatze. Denn in der Fabrikation von chlorsaurem Kali ist es ja das Hauptziel, chlorsaures Kali zu machen, und erst nebenher Aufgabe, die Mutterlauge so einzurichten, dafs sie möglichst geringe Kaliumverluste verursacht und möglichst viel Chlor zu entwickeln imstande ist.

Tabelle
über den Chlorkaliumzusatz bei den Einkochungen.

° Twaddel	1 cem oxy- dierte Gramme DES	1 cem ver- brauchte cem Sil- berlösung	100—95 %	94—86 %	86—80 %	80—74 %
25	0,94	21,9	9 ¹ / ₄	8	7 ¹ / ₂	7 ¹ / ₂
25 ¹ / ₂	0,97	22,4	9 ¹ / ₂	8 ¹ / ₄	7 ³ / ₄	7 ¹ / ₂
26	1,00	22,9	9 ³ / ₄	8 ¹ / ₂	7 ³ / ₄	7 ³ / ₄
26 ¹ / ₂	1,02	23,4	10	8 ³ / ₄	8	7 ³ / ₄
27	1,04	23,9	10 ¹ / ₄	9	8	8
27 ¹ / ₂	1,06	24,4	10 ¹ / ₄	9 ¹ / ₄	8 ¹ / ₄	8
28	1,08	24,8	10 ¹ / ₂	9 ¹ / ₂	8 ¹ / ₂	8
28 ¹ / ₂	1,10	25,1	10 ³ / ₄	9 ³ / ₄	8 ³ / ₄	8 ¹ / ₄
29	1,12	25,4	11	10	9	8 ¹ / ₄
29 ¹ / ₂	1,14	25,8	11 ¹ / ₄	10	9 ¹ / ₄	8 ¹ / ₂
30	1,16	26,2	11 ¹ / ₂	10 ¹ / ₄	9 ¹ / ₂	8 ¹ / ₂
30 ¹ / ₂	1,18	26,6	11 ¹ / ₂	10 ¹ / ₄	9 ¹ / ₂	8 ³ / ₄
31	1,20	27,0	11 ³ / ₄	10 ¹ / ₂	9 ³ / ₄	8 ³ / ₄
31 ¹ / ₂	1,22	27,4	12	10 ¹ / ₂	9 ³ / ₄	9
32	1,24	27,9	12	10 ³ / ₄	10	9
32 ¹ / ₂	1,25	28,4	12 ¹ / ₄	10 ³ / ₄	10	9 ¹ / ₄
33	1,26	29,0	12 ¹ / ₂	11	10 ¹ / ₄	9 ¹ / ₄
33 ¹ / ₂	1,27	29,6	12 ¹ / ₂	11 ¹ / ₄	10 ¹ / ₄	9 ¹ / ₂
34	1,28	30,3	12 ³ / ₄	11 ¹ / ₄	10 ¹ / ₂	9 ¹ / ₂
34 ¹ / ₂	1,29	31,0	12 ³ / ₄	11 ¹ / ₂	10 ³ / ₄	9 ³ / ₄
35	1,30	32,0	12 ³ / ₄	11 ¹ / ₂	11	9 ³ / ₄
35 ¹ / ₂	1,31	—	13	11 ³ / ₄	11 ¹ / ₄	10
1	2	3	4	5	6	7

Vorstehende Tabelle enthält in den Kolonnen 4, 5, 6 und 7 die Quantitäten von Chlorkalium, die zu verschiedenen Zeiten den Einkochungen von je 14 300 Litern Chloratrohlauge zugefügt wurden, angegeben in Cwts. à 50,8 kg.

Die Kolonnen 1, 2 und 3 enthalten die Twaddel der Laugen, die durchschnittliche Menge schwefelsaures Eisenoxydul-Ammoniak (DES), welche durch 1 cem derselben oxydiert, und die durchschnittliche Anzahl der cem Silberlösung, welche pro 1 cem Lauge verbraucht wurde. Die übrigen Kolonnen können nach den ihnen entsprechenden Resultaten in den Mutterlaugen und in der Ausbeute an Chlorat in 2 Gruppen geordnet worden, wobei jedoch zu bemerken ist, daß die Einkochungen erst seit dem Winter 1877 auf 1878 die gleichförmige Gröfse von 14 300 Litern erhielten, vorher aber in den Jahren seit 1874 nur 12 568 Liter maßen und vor 1874 ganz unregelmäßige Quantitäten besaßen. Die Kolonnen 4 und 5 stellen daher nicht die wirklich den damaligen Einkochungen zugesetzten Chlorkaliummengen dar, sondern die von den verschiedenen Volumen auf 14 300 Liter proportional vergrößerten Quantitäten.

Chlorkaliumverbrauch bei den Einkochungen.

Die letzte Mutterlauge zeigte einen		Überschuß an Kalium		Mangel an Kalium	
Reduktion der theoretisch erforderlichen Chlorkaliummenge auf		(4) %	(5) %	(6) %	(7) %
100—95		94—86	86—80	80—74	
Die letzte Mutterlauge enthielt Gramme pro 1 Liter	Kalium im Überschufs als Chlorkalium	15—5	5—1	0	0
	Calciumchlorat im Überschufs	0	0	1—5	5—15
100 kg Chlorkalium ergaben reines Chlorat		kg 95—98	kg 100	kg 100—110	kg 110—120
100 kg fertiges Chlorat erforderten Chlorkalium		kg 105—102	kg 100	kg 100—91	kg 91—83
Zeit der Anwendung . . .		bis 1873	1874—75	1876—78	1879
				seit 1880	

Der ökonomisch richtigste Chlorkaliumzusatz ist jedenfalls der in der Kolonne (6) zur Darstellung gelangte, mit einer durch-

schnittlichen Reduktion auf 85 % der theoretisch erforderlichen Menge. 100 kg Chlorkalium lieferten unter diesen Umständen nahezu 110 kg reines Chlorat, was einer Ausbeute von 74,3 % oder einem Verlust von 25,7 % entsprach. In diesen unvermeidlichen Verlust hat man sich seit 1880 gefunden. Auch die Resultate anderer, gut geleiteter Fabriken bewegten sich in diesen Zahlen. In Aufsig produzierte man 1879 etwa 2500 kg Kaliumchlorat pro Woche, auch mit Anwendung eines Mutterlaugen-Chlorentwicklers, und verbrauchte 90 kg Chlorkalium pro 100 kg fertigen Chlorats, was einen Verlust von 24,9 % anzeigte.

Angenommen, man verbrauchte zur Produktion von 1000 kg reinem Kaliumchlorat 900 kg Chlorkalium, und es gingen davon 25 % oder 225 kg in irgend einer Gestalt verloren. Die 225 kg Chlorkalium von 90 % K Cl enthielten ca. 118 kg Kalium, die mit der letzten Mutterlauge verloren gingen. Pro 1000 kg fertigen Chlorats entfielen ca. 10 000 Liter Mutterlauge; also enthielt im Durchschnitt 1 Liter derselben 11,8 g Kalium, was dem thatsächlich gefundenen Gehalt der Mutterlauge von 1876 bis 1878 ziemlich genau entsprach (Seite 106).

Verwertung
der
Mutterlauge.

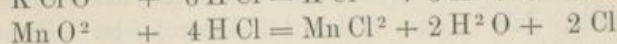
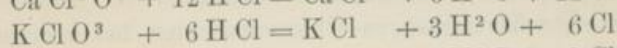
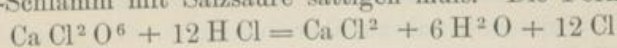
Da es auf keine praktisch ausführbare Weise gelingen wollte, der Mutterlauge ihren Kaliumgehalt zu entziehen, noch auch rationell erschien, denselben unter 10 g K pro Liter hinabzudrücken, weil dann der Gehalt an überschüssigem Calciumchlorat ungebührlich zunahm, so sann man auf Mittel, die Mutterlauge als Ganzes oder in einigen ihrer Bestandteile zu verwerten. Ein Versuch im Jahre 1873, die Mutterlauge zur Herstellung eines Cementes zu benutzen, schlug fehl: Wenn man Sodarückstände der Leblanc-Fabrikation mit dieser Mutterlauge zu einem dicken Brei zusammenrührte, so entstand zwar eine Masse, welche nach einiger Zeit erhärtete, offenbar unter Bildung von Gips und möglicherweise auch einer dem Calciumoxychlorid ähnlichen Verbindung; aber der Stein blieb feucht und man konnte nichts mit ihm anfangen. Durch Eindampfen Chlorealcium zu gewinnen, lohnte nicht die Kosten. Aus dem eingedampften Chlorealcium Chlor oder Salzsäure zu fabrizieren, war ein Problem, welches die Ammoniaksodafabrikation, bei der diese Frage viel dringender ist, bis heute noch nicht in befriedigender Weise gelöst hat. Somit blieb von allen in der Mutterlauge gelösten Körpern bloß das Chlorat übrig, welches durch Zersetzung mit Salzsäure zur Chlor-

Mutter-
lauge-Chlor-
entwickler.

darstellung benutzt werden konnte. Sowie man diesen Plan 1878 ausführte, entstand die Neigung, den Chlorkaliumzusatz bei den

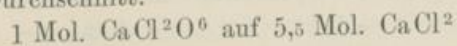
Einkochungen noch mehr als bis dahin zu reduzieren, weil man dabei den Verlust an Kalium in der Mutterlauge verringerte und gleichzeitig den Gehalt an Calciumchlorat steigerte, also ein reicheres Rohmaterial für die Chlorerzeugung gewann. Aber man fand während des Jahres 1879, daß der Gehalt an Gesamtchlorat in der Mutterlauge sehr schnell zunahm, während sich der Gehalt an Kaliumchlorat nur sehr mäfsig gegen früher verringerte. Man ging daher seit 1880 wieder zu dem früheren Chlorkaliumzusatz der Jahre 1876 bis 78 zurück.

Die Arbeit im Mutterlaugen-Chlorentwickler bietet den Vorteil, daß man mit derselben Salzsäuremenge doppelt so viel Chlor erhält als mit reinem Mangansuperoxyd und mehr als doppelt so viel als im Weldon-Prozefs, weil man noch erst die Basis im Weldon-Schlamm mit Salzsäure sättigen muß. Die Formeln:

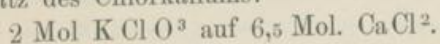


lehren, daß man, um 1 Äquivalent Chlor zu erzeugen, mit Chloratmutterlauge nur 1 Äquivalent Salzsäure, mit reinem Mn O^2 aber 2 Äquivalente Salzsäure gebraucht. Beträgt die Basis im Weldon-Schlamm 0,7 Äquivalente, so hat man gar 2,7 Äquivalente Salzsäure aufzuwenden, um 1 Äquivalent Chlor zu erhalten. Vergl. Hurter*).

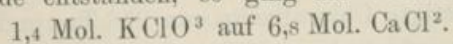
Die Quantitäten von Mutterlauge, welche für den Entwickler verfügbar wurden, konnte man auf folgende Weise direkt, auch nur annähernd, berechnen: Angenommen, die Oktagonlauge enthielte im Durchschnitt:



oder nach Zusatz des Chlorkaliums:



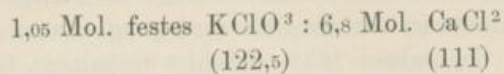
Während des ganzen Prozesses konnte man nun einen Chlorverlust von 30 % annehmen, nämlich 20 % während des ersten Einkochens und 10 % während des Einkochens der Mutterlaugen im Oktagonhause und im Krystallhause. Da hierbei äquivalente Mengen Chloride entstanden, so ging das Verhältnis über in:



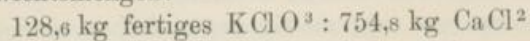
Von dieser Chloratmenge, die sich in Lösung befand, wurden aber nur 75 % als fertiges Chlorat gewonnen, während der Rest

*) Chem. Industrie, Juni 1880, p. 194.

teils in der Mutterlauge gelöst blieb, teils mechanisch verloren ging. Also ergab sich als Resultat der ganzen Fabrikation das Verhältnis:



oder in Gewichtsmengen:



und daraus berechnete sich durch einfache Proportion, daß pro 1 Ton fertiges Kaliumchlorat 5,87 Tons CaCl_2 entstanden. Nahm man nun an, daß die Mutterlauge im Durchschnitt 500 g CaCl_2 im Liter enthielte, so ergab sich pro 1 Ton Chlorat eine Erzeugung von

11 740 Litern

Mutterlauge, welches Resultat mit der früheren Berechnung, (10 000 l, Seite 40), nahezu übereinstimmte.

Erster
Mutter-
lauge-Chlor-
entwickler.

Der erste Mutterlauge-Chlorentwickler hatte einen solchen Querschnitt, daß 1 dem Höhe 343 Liter faßte. Bei einer Gesamthöhe von 17,9 dem durfte man denselben zum Beginn der Arbeit mit 2 dem Höhe oder 686 Litern Salzsäure beschicken. Wendete man Salzsäure von 28° Tw. oder 1,14 spez. Gew. an, so enthielt dieselbe 28 % HCl; die 686 Liter Salzsäure wogen also 782 kg und enthielten 218,96 kg HCl. Da dies zufällig gleich 6mal 36,5 war, so konnte eine solche Beschickung gerade 122,5 kg KClO_3 zersetzen.

Nun waren 122,5 kg KClO_3 in folgenden Volumen Mutterlauge enthalten, wenn dieselben enthielten:

20 g KClO_3 pro Liter, in 6125 Litern	
25 - - - -	4900 -
30 - - - -	4080 -
35 - - - -	3500 -
40 - - - -	3062 -
45 - - - -	2722 -
50 - - - -	2450 -
55 - - - -	2227 -

Ein frisch mit Kalkmilch beschicktes Versuchsoktagon, welches 6500 gesättigte Chloratlauge von 25° Tw. und 40 g $\text{CaCl}_2 \cdot \text{O}^6$ im Liter ergab, erforderte zur Sättigung etwas über 2 Entwickler mit im ganzen 6 dem Salzsäure und rund 10 000 Liter Mutterlauge, deren Gehalt man zu 35 bis 40 g KClO_3 (Total-Chlorat) pro Liter annehmen konnte. Auf diese Weise hatte man mit der Mutterlauge, welche einer Produktion von 1 Ton Chlorat ent-

sprach, Ein Oktagon gesättigt, welches ungefähr $\frac{1}{5}$ Ton fertiges Chlorat lieferte.

Es lag auf der Hand, daß man diese Produktion steigern konnte, indem man den Gehalt der Mutterlauge an Chlorat erhöhte: Man ersparte dadurch an Chlorkalium, nützte den Raum des Chlorentwicklers intensiver aus und sparte dadurch auch an Arbeitslohn. Aber man stand aus den mehrfach erwähnten Gründen davon ab und begnügte sich mit diesen Zahlenverhältnissen.

Während 13 Wochen sättigte man $39\frac{1}{2}$ Oktagons zu je ^{Resultate.} 6800 Liter mit $93\frac{1}{2}$ Mutterlaugen-Chlorentwicklern, oder im Durchschnitt 1 Oktagon mit 2,367 Entwicklern. Für einen Entwickler verbrauchte man im Durchschnitt 4400 Liter Mutterlauge zu 40 g $KClO_3$ per Liter = 176 kg $KClO_3$; oder pro 1 Oktagon wendete man 417 kg $KClO_3$ auf. Rechnete man 1 Oktagon als einer Produktion von 250 kg fertigem Chlorat entsprechend, so erhielt man also nur eine Ausbeute von 60 %. Der Verlust von 40 % setzte sich zusammen aus:

- der im Entwickler überschüssig zugesetzten Mutterlauge,
- dem Verlust an Chlorgas,
- dem Verlust an Chlor in den Oktagons durch Zersetzung von schon gebildetem Chlorat, und
- dem ganzen weiteren Verlust an Chlorat während der Verarbeitung der Chloratrohlauge.

Rechnete man je 2 Oktagons (eine Einkochung) zu 450 kg Chlorkalium (entsprechend 500 kg fertigem Chlorat), so hatten $39\frac{1}{2}$ Oktagons oder $93\frac{1}{2}$ Entwickler im ganzen 8888 kg Chlorkalium, oder 1 Entwickler 95 kg Chlorkalium erfordert, was einer Produktion von 105 kg fertigem Chlorat entsprach.

Nachdem diese Verhältnisse festgestellt waren, konnte man auch den Wert der Mutterlauge berechnen: Um 1 Ton Chlorat ^{Wert der Mutterlauge} mit Hilfe des Weldon-Prozesses zu fabrizieren, gebrauchte man 1877, um die Verluste an Mangan zu ersetzen, 12 Cwts. oder 609 kg Braunstein*) von 70 % MnO_2 und etwa 35 Tons Salzsäure von 28 bis 30° Tw. — Um 1 Ton Chlorat mit dem Gase des Mutterlaugen-Chlorentwicklers zu fabrizieren, gebrauchte man 4 bis 5 Oktagons verschiedener Größe; also $4 \times 2,367 \times 4400$ oder 41 659 bis $5 \times 2,367 \times 4400$ oder 52 074 Liter oder im Mittel nahezu 50 000 Liter

*) In der Liverpooler Fabrik gelang es bis 1880, diesen Bedarf auf 249 kg zu reduzieren.

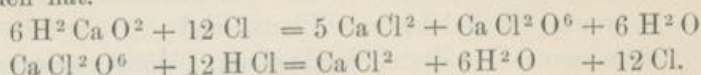
Mutterlauge. Diese Menge repräsentierte also annähernd den Wert von 609 kg Manganerz. Rechnet man die Ton Braunstein zu 200 Mark*), so kosteten 609 kg 120 Mark, also 10 000 Liter Mutterlauge 24 Mark. Dies war also als Wert der Mutterlauge zu betrachten, welche bei der Fabrikation von 1 Ton Chlorat abfiel.

Leistung des Mutterlauge-Chlor-entwicklers. Man konnte also annäherungsweise 5 Tons Chlorat mit Weldon-Gas machen und die 6^{te} Tonne mit Mutterlauge-Gas.

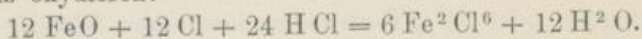
Salzsäureverbrauch.

Chlorverbrauch. Um die Chlorverluste in der Fabrikation von chlorsaurem Kali zu beleuchten und den großen Salzsäureverbrauch zu erklären, soll noch erst eine theoretische Betrachtung vorangeschickt werden.

Zersetzung von Chlorat mit Salzsäure. Bei der Behandlung eines Chlorats mit Salzsäure wird genau so viel Chlor frei, als zu seiner Bildung nötig gewesen ist — unter der Voraussetzung, daß keine sekundäre Zersetzung stattgefunden hat.



Diese $12 \times 35,5$ Gewichtsteile Chlor können nun 12×392 Gewichtsteile schwefelsaures Eisenoxydul-Ammoniak DES zu Eisenoxydsalz oxydieren:



Also zeigt:

$$1 \text{ g DES} = \frac{35,5}{392} = 0,0905 \text{ g}$$

oxydierendes Chlor an. Unter „oxydierendem Chlor“ soll diejenige Chlormenge verstanden werden, welche genau nach der ersten obigen Formel zur Wirkung gelangt ist.

Chlorbedarf zur Bildung von Chlorat-rohlauge. Hiernach erfordern 1000 Liter Chloratrohlauge, von welcher 1 ccm genau 1 g DES oxydiert und welche die Proportion 5,0 : 1 zeigt, zu ihrer Herstellung theoretisch 90,5 kg Chlor oder 28,55 cbm, wenn man das Gewicht von 1 cbm Chlor = 3,17 kg setzt.

War das Molekülverhältnis von Chlorid zu Chlorat 5,5 : 1, so

*) Seit Mitte der siebziger Jahre bis 1881 ist der Preis für Manganerz auf 120 Mark in Deutschland und auf 100 Mark in England gefallen, wonach die Berechnung zu ändern wäre.

waren statt der 6 Äquivalente Chlor, welche die Eisenprobe anzeigte, 6,5 Äquivalente angewandt worden, oder 1000 Liter solcher Chloratlauge hatten, wie die Proportion lehrt:

$$6 : 6,5 = 90,5 : 98,0$$

98 kg Chlor oder 30,9 cbm zu ihrer Sättigung erfordert.

Man konnte diese Berechnung auch auf andere Weise anstellen: 1 g DES zeigte 0,0905 g oxydierendes Chlor an. Davon waren $\frac{1}{6}$ oder 0,0151 g substanziiell im Chlorat enthalten; als Chlorid waren aber 5,5 mal so viel oder 0,083 g Chlor vorhanden, also im ganzen in 1 Mol. Chlorat und 5,5 Mol. Chlorid 0,083 g Chlor in 1 cem Lauge.

Die durchschnittliche Stärke der Chloratrolauge war seit dem Winter 1877/78 in Widnes durch das systematische Mischen der Oktagonlauge mit den Waschwassern auf etwa 28° Tw. reduziert worden. Nahm man an, daß 1 cem der Lauge 1,08 g DES oxydierte und daß die Proportion von Chlorid zu Chlorat wie 5,4 : 1 war, so wurden 1000 Liter soleher Lauge theoretisch durch 104,25 kg oder 32,9 cbm Chlor erzeugt.

Da 1 Oktagon mit dem Waschwasser zusammen 7150 Liter Lauge lieferte, so erforderte also ein solches Oktagon zu seiner Sättigung theoretisch:

235 cbm Chlorgas.

Um aber die Quantitäten Chlor zu ermitteln, welche in der Praxis wirklich aufgewendet werden mußten, um eine gewisse Menge von Chloratlauge zu erzeugen, mußte man bis auf das Kochsalz, aus dem die nötige Salzsäure gewonnen wurde, oder auf das dabei fabrizierte schwefelsaure Natron zurückgreifen. Und dabei konnte man nicht umhin, auch die Chlorverluste im Weldon- und im Hurter-Deacon-Prozesse mit in Betracht zu ziehen. Denn hunderttausende von Litern Salzsäure zu messen, ist eine beschwerliche Arbeit, welche bei den verschiedenen Gehalten der Säure selten so genaue Resultate liefert, als wenn man aus der Gewichtsmenge des fabrizierten Sulfats die dabei entstandene Menge von Salzsäure berechnet.

Als Kochsalz wurde in England ausschließlich weißes Sudsalz mit 8—12 % Wassergehalt angewendet. Bei dem Durchschnittsgehalt von 90 % NaCl sollte ergeben:

1 t Salz :	1,845 t Salzsäure	30° Tw.	2,29 t von 24° Tw.	2,621 t von 21° Tw.	
=	1875 kg	-	2326 kg	-	2663 kg
=	1630 Liter	-	2077 Liter	-	2410 Liter

Salzsäure
aus
Kochsalz.

Da aber das Kochsalz wegen seines wechselnden Feuchtigkeitsgehaltes eine schlechte Basis für weitere Berechnungen abgab, so zog man es häufig vor, von dem Sulfat auszugehen. Wenn man die kleine Menge des im Sulfat unzerstört gebliebenen NaCl außer Betracht lieft, so sollte 1 Ton Kochsalz von 90 % NaCl 113,8 Tons Sulfat mit 96 % Na²SO⁴ liefern. In der Praxis aber rechnete man:

$$100 \text{ Tons Salz} = 112 \text{ Tons Sulfat.}$$

Hiernach sollte ergeben:

$$\begin{aligned} 1 \text{ Ton Sulfat} &= 1,647 \text{ Tons Salzsäure von } 30^\circ \text{ Tw.} \\ &= 1673 \text{ kg} \\ &= 1455 \text{ Liter.} \end{aligned}$$

Nun enthalten 1000 Liter Salzsäure von 24° Tw. oder 1,12 spez. Gew. 24,4 % HCl oder 273,28 kg HCl. Mit Hilfe des Weldon-Prozesses gewann man daraus etwa 33 % als Chlorgas, nämlich 87,7 kg Chlor.

Theoretische Menge von Chloratrolauge. Da 1000 Liter der durchschnittlichen Chloratrolauge von 28° Tw. 104,25 kg Chlor enthielten oder zu ihrer Bildung erforderten, so ergab die Proportion:

$$104,25 : 1000 = 87,7 : x,$$

dafs man mit dem Weldon-Prozefs aus 1000 Litern Salzsäure von 24° Tw. theoretisch 841 Liter mittlere Chloratrolauge erhalten sollte.

Ferner: 1000 Liter Salzsäure von 30° Tw. enthielten 30,2 % HCl oder 347,3 kg HCl; rechnete man hier auch 33 % als Chlorgas erhalten, nämlich 111,5 kg Chlor, so lehrte die Proportion:

$$104,25 : 1000 = 111,5 : x,$$

dafs man mit dem Weldon-Prozefs aus 1000 Litern Salzsäure von 30° Tw. theoretisch 1069 Liter mittlerer Chloratrolauge erzeugen sollte.

Da nun aber von dem entwickelten Chlorgase in der Praxis nahezu 30 % verloren gingen, so durfte man nur 70 % dieser Laugenmengen wirklich zu erhalten erwarten. In folgender Tafel sind diese Resultate zusammengestellt:

1000 Liter Salzsäure geben:			Mittlere Chloratrolauge von 28° Tw. 1 ccm = 1,08 g DES. Proportion 5,4 : 1.	
° Twaddel	Gewicht		theoretisch (32,0 cbm Cl pro 1000 Liter)	Unter Berücksichtigung von 30 % Chlorverlust
	kg	Tons		
24	1120	1,102	841 Liter	589 Liter
30	1150	1,132	1069 „	748 „

Ein Oktagon lieferte mit den Waschwässern zusammen 7150 Liter Chloratrohllauge. Diese sollten also nach der Proportion:

$$1069 : 1000 = 7150 : x$$

6688 Liter Salzsäure von 30° Tw. oder 7690 kg oder 7,57 Tons theoretisch erfordern. Also hatte man die Regel:

Ein Oktagon sollte 7,6 Tons Salzsäure von 30° Tw. erfordern.

Um diese Regel auch nach dem produzierten Sulfat oder nach dem verbrauchten Salz auszudrücken, hatte man die Proportionen: Weitere Beziehungen.

$$7,6 : 1 = 1,647 : x,$$

d. h.: 1 Ton Sulfat entsprach 0,217 Oktagons, oder:

$$7,6 : 1 = 1,845 : x,$$

d. h.: 1 Ton Salz von 90 % KCl entsprach 0,243 Oktagons.

Die beiden letzten Regeln, umgekehrt ausgedrückt, lauteten: 1 Oktagon entsprach 4,6 Tons Sulfat oder 4 Tons Salz.

Da man nun 1 Oktagon als 250 kg fertigem Chlorat entsprechend annehmen konnte, so hatte man die weitere Regel, daß bei Benutzung des Weldon-Prozesses 1 Ton fertiges Chlorat 18 Tons Sulfat oder 16 Tons Salz entsprach.

Endlich, da hiernach 1000 kg fertiges Chlorat oder 900 kg Chlorkalium theoretisch 26 000 Liter Salzsäure von 30° Tw. oder 29 900 kg oder 29,43 Tons erforderten, so mußte man pro 1000 kg Chlorkalium mindestens 28 900 Liter Salzsäure von 30° Tw. aufwenden.

Diese theoretischen Betrachtungen lieferten den Maßstab, nach welchem man aus den wirklich erhaltenen Fabrikationsergebnissen die dabei erlittenen Verluste berechnen konnte.

Während des letzten Vierteljahres 1877 wurden in der Muspratt'schen Fabrik in Liverpool folgende Zahlen erhalten:

Kochsalz zersetzt	1067 Tons,
Salzsäure gewonnen	2003 Tons 30° Tw.,
Ausbeute	97,7 % der theoretischen Menge,
Säure für Chlorat verbraucht	1534 Tons 30° Tw.,
Chloratrohllauge erhalten . . .	1 040 000 Liter.

Betriebsverluste.

Die für Chlorat aufgewendete Säuremenge sollte 145,79 Tons Chlor ergeben haben. In der Chloratrohllauge wirklich erhalten nur 107,22 Tons oder 73,5 %. Also:

$$\text{Verlust} = 26,5 \%$$

Nahm man die Zusammensetzung der Chloratrohlauge gleich der durchschnittlichen Zusammensetzung von Widnes an, so hätte man nach der Proportion:

$$1069 : 1,132 = 1\,040\,000 : 1101$$

und 1101 Tons Salzsäure von 30° Tw. oder 71,8 % der wirklich verbrauchten Menge nötig gehabt. Also:

$$\text{Verlust} = 28,2 \%$$

Während des ersten Vierteljahres 1878 ergab dieselbe Fabrik folgende Zahlen:

Kochsalz zersetzt	932 Tons von 93½ % Na Cl,
Salzsäure gewonnen	1732 Tons 30° Tw,
Ausbeute	95,3 %,
Säure auf Chlorat verwendet	1480,6 Tons 30° Tw.,
Chloratrohlauge erhalten . . .	1 065 000 Liter.

Die aufgewendete Säuremenge sollte 141,19 Tons Chlor ergeben haben. In der Chloratrohlauge wirklich nur 109,48 Tons oder 77,5 % nachweisbar:

$$\text{Verlust} = 22,5 \%$$

Wie vorhin auf die Durchschnittsauge von Widnes berechnet, hätte man 1128 Tons Salzsäure von 30° Tw. verbrauchen sollen; also betrug der

$$\text{Verlust: } 23,8 \%$$

Die produzierte Chloratlaugenmenge entsprach 149 Oktagons zu je 7150 Liter, also wurde 1 Oktagon durch 9,94 Tons Salzsäure von 30° Tw. gesättigt, während es theoretisch nur 7,6 Tons hätte erfordern sollen; also:

$$\text{Verlust} = 23,5 \%$$

Während einer Woche im Juni 1878 wurden aus einem bestimmten Sulfatofen der Muspratt'schen Fabrik in Widnes 51¼ Tons Sulfat erhalten und mit der dabei gewonnenen Salzsäure durch den Weldon-Prozess 8 Oktagons gesättigt. Theoretisch hätte man 51¼ × 0,217 oder 11,12 Oktagons erhalten sollen, also betrug der

$$\text{Verlust: } 28 \%$$

Während einer Woche im März 1881 lieferte ein bestimmter Sulfatofen in Widnes 53,8 Tons Sulfat aus 47,4 Tons Salz, also nahezu die theoretische Menge. An Salzsäure wurden gemessen 77 880 Liter 30° Tw., einen Verlust von nur 0,4 % zeigend. Davon wurden im Weldon-Prozess auf Chlorat verwendet 76 080 Liter. Für die mit dieser Säuremenge fabrizierte Chloratrohlauge wurden 1943 kg Chlorkalium verbraucht. Für diese Menge hätte

man theoretisch nur 56 130 Liter Salzsäure verbrauchen sollen, also hat man einen

Verlust von **26,2 %**

gehabt.

Als Durchschnitt aus diesen sieben Berechnungen ergab sich also zwischen der Salzsäuremenge, die mittels des Weldon-Prozesses zur Chloratfabrikation benutzt wurde, und der in der Chloratrolauge nachweisbaren Chlormenge ein Verlust von

25,5 %.

Die Angaben aus einigen anderen Fabriken lauteten ungleich günstiger. Da dieselben aber nicht kontrolliert werden konnten, so sollen sie hier gar nicht erst erwähnt werden.

Um einen schnelleren Überblick zu gewinnen, sind in folgender Tabelle noch einmal die bei gewöhnlicher Arbeit in der Praxis gewonnenen Resultate den theoretischen Zahlen gegenübergestellt, zugleich mit dem mittleren Verlust, ausgedrückt als Überschufs über die theoretische Menge und als Verlust an den wirklich angewandten Mengen:

Pro 1 Ton Kaliumchlorat wurden verbraucht:

Mit Weldon-Prozess allein:	Theoretisch	Praktisch	% Überschufs üb. Theorie	% Verlust an Praxis
Salzsäure von 30 ^o Tw.	26 000 Lit.	34 900 Lit.	34,3 %	25,5 %
„ „	29 900 kg	40 134 kg	34,3 -	25,5 -
„ „	29,43 Tons	39,5 Tons	34,4 -	25,5 -
Salz von 90 % NaCl	16 -	21,5 -	34,4 -	25,5 -
Sulfat von 96 % Na ² SO ⁴	18 -	24,2 -	34,4 -	25,5 -

Allerdings wurden auch mitunter günstigere Resultate gefunden: So ergab im Juli 1880 die Fabrik in Liverpool zwischen Entwickler und Oktagons nur einen Chlorverlust von 11 % und die Fabrik in Widnes nur einen solchen von 10 %.

Der geringste Verlust ist jedoch in einem Falle konstatiert worden, der ausführlich behandelt werden soll, um dabei zugleich die Verteilung der Salzsäure im Weldon-Prozess zu zeigen.

Um den Chlorverlust mit möglichst großer Genauigkeit zu bestimmen, wurde eine Sulfatanlage von der übrigen Fabrik vollständig getrennt und die gewonnene Salzsäure im Weldon-Prozess ausschließlich auf eine Gruppe von 4 Oktagons verwendet. Genaue Messungen konnten jedoch nur während der 20 Tage vom 14. Juli bis 4. August 1877 durchgeführt werden.

Mittlerer Verlust an Salzsäure oder Chlor.

Salzsäureverbrauch mit Weldon allein.

Spezielle Untersuchung.

Während dieser Zeit wurden 120,8 Tons Kochsalz zu 91 % Na Cl zersetzt. Daraus wurden 145 Tons Sulfat zu 96 % Na^2SO^4 und 1,5 % Na Cl gemacht. Die wirklich zersetzte Menge von Na Cl berechnete sich also zu 107,75 Tons oder 109 474 kg. Dieselben haben theoretisch 68 304 kg H Cl geliefert.

Es wurden erhalten 262 216 Liter Salzsäure von 23° Tw. mit 245 g H Cl im Liter oder im ganzen 64 243 kg H Cl. Der Verlust durch unvollständige Kondensation und Auslecken durch Undichtigkeiten betrug daher

5,95 %.

Es wurden 77 Chlorentwickelungen vorgenommen, welche zusammen 616 000 Liter saurer Manganlösung ergaben. 10 cem derselben erforderten im Durchschnitt 7,0 cem Viertelnormal-Sodalösung; im Liter waren also 12,775 g freie Salzsäure vorhanden oder im ganzen 7869 kg H Cl. Mithin betrug der Säureüberschufs in den Manganlaugen

11,52 %

und es blieben 56 374 kg H Cl oder 82,53 % zur Zersetzung des Weldon-Schlammes übrig.

Der Weldon-Schlamm enthielt 0,75 Äquivalente Basis und besafs einen Oxydationsgrad von 80 %, hatte also die durchschnittliche Zusammensetzung: $4 \text{Mn O}^2 + \text{Mn O} + 2 \text{Ca O}$.

Folglich wurde an Salzsäure erfordert:

zum Auflösen des Ca O	$\frac{2}{11} \times 82,53 \%$	= 15,01 %
" " " Mn O	$\frac{1}{11} \times 82,53$	= 7,50 -
" " " Mn im Mn O ²	$\frac{4}{11} \times 82,53$	= 30,01 -
zur Zersetzung in freies Chlor	$\frac{4}{11} \times 82,53$	= 30,01 -

Die letzteren 30,01 % der zur Verwendung gekommenen Säuremenge, nämlich 20 498 kg H Cl, sollten 19 936 kg Chlor gegeben haben.

An Chloratrohrlange wurden erhalten 175 104 Liter. 1 cem oxydierte 1,130 g schwefelsaures Eisenoxydul-Ammoniak (Mol. 392), enthielt also 0,1017 g oxydierendes Chlor. Die Proportion von Ca Cl^2 zu $\text{Ca Cl}^2\text{O}^6$ war 5,4 : 1.

Zur Bildung des vorhandenen Chlorats waren also aufgewendet worden: $175 104 \times 0,1017$ oder 17 808 kg Chlor. Dies war 89,32 % der theoretischen Chlormenge und $30,01 \times 89,32 \%$ oder 26,80 % der Gesamtsäuremenge.

In die Oktagons sind jedoch $\frac{6,4}{6}$ mal so viel, nämlich 95,27 % der theoretischen Chlormenge eingeführt worden oder 28,58 % der Gesamtsäuremenge.

Durch Bildung von Sauerstoff in den Oktagons waren also verloren gegangen — resp. als Salzsäuredämpfe von dem Entwickler her mitgerissen — 95,27 minus 89,32 oder 5,95 % der theoretischen Chlormenge oder 28,58 minus 26,80 oder 1,78 % der Gesamtsäuremenge.

Der Unterschied 100 minus 95,27 oder 4,73 % der theoretischen Chlormenge und 30,01 minus 28,58 oder 1,43 % der Gesamtsäuremenge bezeichnete den Verlust an Chlorgas, welcher sich aus folgenden einzelnen Posten zusammensetzte:

1. Mechanische Verluste durch Undichtigkeiten des Chlorentwicklers, der Leitungsröhren und der Verteilungsverschlüsse.
2. Verlust durch Bildung von Chlorblei in den Leitungsröhren.
3. Chlor, welches in den sauren Manganbrühen gelöst blieb und mit denselben abfloß.
4. Bildung von Sauerstoff, und zwar möglicherweise schon in den Chlorentwicklern, sicher aber in den Oktagons unter Zersetzung von Hypochlorit und Chlorat zu Chlorcalcium.
5. Unvollständige Absorption in den Oktagons.

Die 17808 kg Chlor, welche das thatsächlich vorhandene Chlorat erzeugt hatten, hatten zu $\frac{5}{6}$ die unvermeidliche Menge Ca Cl^2 gebildet und waren nur zu $\frac{1}{6}$ substantiell in die Verbindung $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ übergegangen. Daher zerlegten sich die 26,8 % der Gesamtsäuremenge in 4,47 %, welche substantiell im Chlorat enthalten waren, und in 22,33 %, welche die unvermeidliche Menge von 5Ca Cl^2 gebildet hatten.

Daher erhielt man folgende Übersicht der Verteilung der Gesamtsäuremenge:

Von 100 Teilen Salzsäure sind:

5,95 nicht kondensiert worden oder ausgeleckt,
94,05 kondensiert worden.

100,00.

Hiervon sind:

11,52 % in den Manganlaugen als freie Säure verloren gegangen.
52,52 - als Mn Cl^2 und Ca Cl^2 in den Laugen verbraucht worden.
30,01 - als Chlorgas entwickelt worden.

94,05 %.

Von 100 Teilen entwickelten Chlors sind:

4,76 % als Chlorgas verloren gegangen.
5,98 - als Sauerstoff verloren gegangen,
74,41 - zur Bildung von 5 Äq. Ca Cl^2 verbraucht worden,
14,90 - in das Chlorat eingetreten.

100,00 % Chlorgas.

In diesen Zahlen herrschte eine Unsicherheit in betreff der beiden ersten Posten: die 4,76 % wurden nur durch Differenz ermittelt und enthielten also accumulativ alle Beobachtungsfehler. Die 5,93 % gingen nicht bloß als Sauerstoff verloren durch Zersetzung von Hypochlorit und Chlorat unter Hinterlassung von Ca Cl^2 , sondern zu einem gewissen kleinen Teile auch in Form von H Cl , welches vom Entwickler her mit dem Chlorgasstrom mitgerissen wurde und sofort Ca Cl^2 bildete. Dieser Anteil würde von den 5,93 % abzuziehen und bei der Säure in Rechnung zu stellen sein, die auf den Weldon-Schlamm einwirkte derart, daß von der Gesamtsäuremenge von 82,53 % dieser Betrag abzuziehen wäre, wodurch eine proportional kleinere Menge als 30,01 % der Säure freies Chlor geliefert hätte. Wenn man aber berücksichtigt, daß der Chlorstrom durch eine 40 bis 50 m lange Bleiröhre und dann noch durch einen Sandsteinkasten zu gehen hatte, so durfte man den Gehalt des Chlorgases von H Cl als auf ein solches Minimum reduziert ansehen, daß man ihn vollständig vernachlässigen konnte. Berücksichtigt man ferner, daß in regelmäßigem Gange der Fabrikation Oktagonlaugen erhalten wurden, welche die theoretische Proportion von $1 \text{ Ca Cl}^2 \text{ O}^6 : 5 \text{ Ca Cl}^2$ enthielten, so durfte man, ohne einen merklichen Fehler zu begehen, annehmen, daß der ganze Überschufs an Ca Cl^2 über die 5 Äquivalente hinaus durch sekundäre Zersetzung entstanden war.

Fafste man die Resultate nach der Gesamtsäuremenge ausgedrückt zusammen, so erhielt man:

Während der 20 Tage vom 14. Juli bis 4. August 1877 sind zwischen Kochsalz und Chloratrolauge mit Benutzung des Weldon-Prozesses:

- 5,95 % der Gesamtsäure verloren gegangen durch unvollständige Kondensation und durch Undichtigkeiten der Gefäße und Rohrleitungen,
- 11,52 - als überschüssige freie Säure in der Manganlauge verloren gegangen,
- 15,01 - verbraucht zum Auflösen des Ca O in der Basis,
- 7,50 - verbraucht zum Auflösen des Mn O in der Basis,
- 30,01 - verbraucht zum Auflösen des Mn im Mn O^2 ,
- 1,43 - als Chlorgas verloren gegangen,
- 1,78 - durch Bildung von Sauerstoff in den Oktagons verloren gegangen,
- 22,33 - verbraucht worden, um 5 Äquivalente Ca Cl^2 zu bilden,
- 4,47 - substantiell in die Verbindung $\text{Ca Cl}^2 \text{ O}^6$ übergegangen,

- 100,00 % Gesamtsäuremenge.

In ganz ähnlicher Weise ist noch für eine Reihe anderer Zeiträume aus den Fabrikationsresultaten die Verteilung der Salzsäure berechnet worden. Und zwar hat man dabei stets bedeutend grössere Chlorverluste gefunden. So wurden in der Fabrik der Herren James Musspratt & Sons in Widnes während der 15 Wochen vom 6. September bis 18. Dezember 1877 von einer speciell dazu abgetrennten Sulfatanlage folgende Daten gesammelt:

Andere
Special-
Untersuch-
ungen.

Kochsalz verbraucht: $622\frac{3}{4}$ Tons zu 90 % Na Cl.

Säure gewonnen und auf 24° Tw. berechnet: 1189972 Liter.

Ausbeute = 92,0 %.

Der Weldon-Schlamm hatte 0,6 Äquivalente Basis und einen Oxydationsgrad von 80 %, enthielt also $20 \text{ Mn O}^2 + 5 \text{ Mn O} + 7 \text{ Ca O}$.

An Mangananlagen wurden erhalten 2 867 832 Liter. 10 ccm derselben sättigten 7,25 ccm Viertel-Normal-Sodalösung, enthielten also im ganzen 37,35 Tons H Cl im Überschuss.

An Chloratrolauge wurden gewonnen 686 000 Liter. 1 ccm derselben oxydierte 1,100 g schwefelsaures Eisenoxydul-Ammoniak (Mol. 392); die Proportion von Ca Cl^2 zu $\text{Ca Cl}^2 \text{ O}^6$ war 5,5 : 1.

Während eines speciellen Abschnittes innerhalb dieses Zeitraumes, nämlich vom 11. Oktober bis 28 November 1877 enthielt der Weldon-Schlamm die auffallend niedrige Basis von nur 0,5 Äquivalenten bei einem Oxydationsgrade von 80 %, bestand also aus $4 \text{ Mn O}^2 + 1 \text{ Mn O} + 1 \text{ Ca O}$.

Während dieser Zeit wurden in der Sulfatschale 476 Operationen à $12\frac{1}{2}$ Cwts. gemacht oder 300 Tons Salz von 90 % Na Cl zersetzt.

Sulfat produziert = 341,25 Tons zu 96 % $\text{Na}^2 \text{SO}^4$.

Salzsäure gemessen und auf 24° Tw. berechnet: 614434 Liter.

Die Salzsäure floss in die Chlorentwickler mit einer durchschnittlichen Stärke von 21° Tw. ein.

Durchschnittliche Höhe der Säure im Entwickler 2 Fuß 10 Zoll.

Durchschnittliche Höhe nach dem Abtreiben des Chlors 6 Fuß 10 Zoll.

Es wurden 155 Entwickler auf Chlorat und 1 auf Chlorkalk gearbeitet.

Die Manganlauge enthielt so viel freie Säure, dass 10 ccm davon 7,25 ccm Viertel-Normal-Sodalösung sättigte (1 ccm = 18,25 g H Cl).

Es wurden 52 Oktagons à 6900 Liter Chloratrohlauge gesättigt. 1 cem derselben oxydierte 1,080 g DES. Die Proportion war 5,5 : 1.

An Chlorkalium wurden verbraucht 11,45 Tons à 90 % K Cl oder 84,64 % der theoretischen Menge.

Die Resultate sind in folgender Weise zusammengestellt:

Verteilung der Salzsäure mit Weldon-Prozefs.

Verteilung des Chlors vom Kochsalz bis zur Chloratrohlauge.

Mit Weldon-Prozefs allein:		Widnes 1. Juli bis 30. Sept. 1876	Liverpool Juli bis Dezember 1876	Widnes Juni und Juli 1877	Widnes 14. Juli bis 4. Aug. 1877	Widnes 11. Okt. bis 28. Nov. 1877	Widnes 6. Sept. bis 18. Dez. 1877
Verlust durch unvollständige Kondensation der Salzsäure und mechanische Verluste durch Undichtigkeiten		4,00	3,00	3,00	5,95	1,39	8,00
Säureüberschufs in der Entwicklerlauge		10,00	10,70	10,70	11,52	13,29	10,65
Verbraucht zum Auflösen des	Ca O in der Base	15,64	15,52	15,52	15,00	8,53	10,95
	Mn O in der Base	7,82	7,76	7,76	7,50	8,53	7,82
	Mn im Mn O ²	31,27	31,06	31,06	30,01	34,13	31,20
Zum Chlorkalk gegangen		8,87	0	0	0	0,22	0
Verlust an Chlorgas zwischen dem Entwickler und den Oktagons		11,09*	7,14	9,32	1,43	10,86	10,04
Verbraucht zur Bildung des Überschusses an Ca Cl ² über die Proportion 5,0 : 1		0,86	1,84	1,34	1,78	1,77	1,63
Verbraucht zur Bildung der 5 Äquivalente CaCl ²		8,71	18,40	17,00	22,33	17,73	16,35
Substantiell in die Verbindung Ca Cl ² O ⁶ eingetreten		1,74	3,68	3,40	4,47	3,55	3,27
		100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

* Teilt man diesen Verlust proportional, so sind:

4,87 % Cl zwischen Entwickler und Chlorkalkkammern, und

6,22 % Cl zwischen Entwickler und Oktagons verloren gegangen.

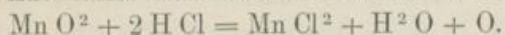
Verteilung des Chlors mit Weldon-Prozefs.

Die Verteilung des Chlors speciell zwischen den Entwicklern und der Chloratrohlauge nach Abzug derjenigen Anteile von Chlor, welche zur Fabrikation von Chlorkalk gedient haben, ist in folgender Tabelle zur Darstellung gebracht:

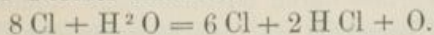
Verteilung des Chlors zwischen Entwickler und Chloratrolauge.

Chlor:	Widnes 1. Juli bis 30. Sept. 1876	Liverpool Juli bis Dezbr. 1876	Widnes Juni und Juli 1877	Widnes 14. Juli bis 4. Aug. 1877	Widnes 11. Okt. bis 28. Nov. 1877	Widnes 6. Sept. bis 18. Dez. 1877	Durchschnitte
Unnachweisbarer Verlust zwischen Entwickler und Oktagens	% 35,47	% 22,00	% 30,01	% 4,78	% 32,02	% 32,09	% 26,22
Verbraucht zur Bildung des Überschusses an Ca Cl^2 über das Verhältnis 5 : 1	4,01	5,92	4,31	5,03	5,22	5,21	5,25
Verbraucht zur Bildung der 5 Äquivalente Ca Cl^2	49,69	59,24	54,73	74,41	52,20	52,25	57,10
Substantiell in die Verbin- dung $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ eingetreten	9,03	11,85	10,05	14,00	10,47	10,45	11,43
	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Beim Weldon-Prozess gelangen also nur 30 bis 33 % der Salzsäure zur wirklichen Chlorerzeugung, während von dem daraus erzeugten Chlor noch im Durchschnitt 25,5 bis 26,22 % auf unerklärliche Weise verloren gehen. Sollte der Sauerstoffgehalt der Entwicklergase nicht, oder nicht ausschließlich durch das Speisewasser der Dampfkessel in die Entwickler gelangen, so müßte man eine Sauerstoffbildung im Entwickler selbst annehmen. Man hat es versucht, eine solche hypothetische Sauerstoffbildung im Weldon-Entwickler sich nach der Formel vorzustellen:



Es ist aber nicht gelungen, einen gültigen Beweis dafür zu liefern, daß eine solche Reaktion wirklich stattfindet. Da überdies die Gase vom Mutterlaugen-Chlorentwickler auch überschüssigen Sauerstoff enthalten, so wollte man denselben bei 25 % Chlorverlust nach der Formel erklären:



Aber auch hierfür ist kein Beweis erbracht worden.

Ein Verlust von 25 % an Chlor oder Salzsäure wurde nach Privatmitteilungen von 1872 oder 1873 auch von Henry Deacon und Dr. Hurter als unvermeidlich betrachtet, ohne denselben erklären zu können. In der Zeit jedoch, als die beschriebenen Ver-

suche in der Fabrik von James Muspratt & Sons in Widnes ausgeführt wurden, glaubte Hurter im stande zu sein, den Verbleib der Salzsäure und des Chlors im Weldon-Prozess bis auf wenige Prozente Verlust nachweisen zu können, ähnlich wie es die Kolonne: 14. Juli bis 4. August 1877 der Tabelle auf Seite 132 zeigt.

Wie dem aber auch sei, so ändert sich nichts in den tatsächlichen Betriebsergebnissen, welche in den Tabellen zur Darstellung gebracht sind.

Wollte man den Chlorverlust von 25 % nicht auf ungenaue Messungen und Wägungen zurückführen, so blieb seine Erklärung noch eine offene Frage.

Beim Mutterlaugen-Chlorentwickler wurde die Salzsäure wesentlich besser ausgenützt. Nahm man 5 % der Gesamtsäure als Verlust infolge unvollständiger Kondensation und der Undichtigkeiten der Gefäße und Rohrleitungen und 10 % als freie Säure in der Entwicklerlauge an, so verblieben 85 % der Gesamtsäuremenge zur Chlorerzeugung übrig. Setzte man hier auch einen Verlust von 25 % des Chlorgases voraus, und nahm die Proportion in der Chloratlauge zu 5,5 : 1 an, so erhielt man folgendes Bild von der Verteilung der Gesamtsäuremenge bei der Arbeit mit dem Mutterlaugen-Chlorentwickler:

Verteilung
der Salz-
säure beim
Mutter-
laugen-
Chlor-
entwickler.

- 5 % nicht kondensiert,
- 10 - als Säureüberschufs in der Entwicklerlauge,
- 85 - zur Chlorerzeugung gekommen.

100 %.

Von 100 Teilen des entwickelten Chlors gingen:

- 25,00 % verloren als Chlorgas,
- 5,77 - verloren als Sauerstoff in den Oktagons,
- 57,69 - in die 5 Äquivalente Ca Cl^2 ein,
- 11,54 - in die Verbindung $\text{Ca Cl}^2 \text{O}^6$ ein.

100,00 % Chlor.

Oder, alle Zahlen auf Prozente der Gesamtsäuremenge berechnet, ergab sich:

- 5,00 % Verlust durch unvollständige Kondensation etc.
- 10,00 - Überschufs als freie Säure in der Entwicklerlauge,
- 21,25 - Verlust als Chlorgas,
- 4,90 - Verlust als Sauerstoff in den Oktagons,
- 49,04 - verbraucht zur Bildung von Ca Cl^2 ,
- 9,81 - im Chlorat enthalten.

100,00 % Gesamtsäure.

Man erhielt also aus derselben Säuremenge mehr als dreimal so viel Chlorat als bei Anwendung des Weldon-Entwicklers.

Setzte man die Menge von 26 000 Litern Salzsäure von 30° Tw. als die theoretische Einheit, mit der man im Weldon-Prozess allein 1 Ton Chlorat fabrizieren konnte, so würden 5 solche Einheiten von Säure 5 Tons Chlorat ergeben; die 6^{te} Einheit aber würde mit dem Mutterlaugenentwickler 3 Tons Chlorat erzeugen. Mithin würden 6 Einheiten à 26 000 Liter Salzsäure von 30° Tw. mit Weldon- und Mutterlaugengas 8 Tons Chlorat liefern, oder:

1 Ton Chlorat theoretisch mit 19 500 Litern Säure 30° Tw. erzeugt werden können. Behielt man auch hierbei den Verlust von 25 % an Chlorgas bei, so konnte folgende Tafel berechnet werden:

1 Ton Kaliumchlorat erforderte:

Mit Weldon-Prozess und Mutterlaugen-Chlorentwickler	Theoretisch	Praktisch	% Überschufs üb. Theorie	% Verlust an Praxis
Salzsäure von 30° Tw.	19 500 Lit.	26 000 Lit.	33 1/3 %	25 %
- -	22 425 kg	29 900 kg	33 1/3 -	25 -
- -	22,07 Tons	29,43 Tons	33 1/3 -	25 -
Salz von 90 % Na Cl	12 -	16 -	33 1/3 -	25 -
Sulfat von 96 % Na ² SO ⁴	13,5 -	18 -	33 1/3 -	25 -

Säureverbrauch mit Weldon- und Mutterlaugen-Chlorentwickler.

Mit Hilfe des Mutterlaugen-Chlorentwicklers konnte man also den Verbrauch an Salzsäure herabdrücken auf die dem Weldon-Prozess allein entsprechende theoretische Menge.

Effekt des Mutterlaugen-Chlorentwicklers.

Schließlich soll hier noch, um die große Überlegenheit des Hurter-Deacon'schen Prozesses in Bezug auf Säureverbrauch über den Weldon-Prozess zu illustrieren, an einem Beispiele die Verteilung der Salzsäure resp. des Chlors in dem erstgenannten Prozesse dargelegt werden.

Verteilung der Salzsäure mit Hurter-Deacon-Prozess.

Während der 3 Wochen vom 7. bis 28. Juli 1880 wurde in der Fabrik von James Muspratt & Sons in Widnes das Pfannengas von bloß Einer Sulfatanlage in den Hurter-Deacon'schen Apparat neuester Konstruktion geschickt, während das Gas vom zugehörigen Sulfatofen seines Schwefelsäuregehalts wegen gesondert gehalten und kondensiert wurde. Folgende Daten wurden gesammelt:

1. Kochsalz zersetzt: 181,15 Tons zu 90 % = 165 643 kg Na Cl,
entsprechend 103 350 kg H Cl,
oder: 100 518 kg Cl,
" 297 581 Liter Salzsäure 30° Tw.,
" 342 218 kg " "
2. Salzsäure von der Pfanne allein erhalten:
156 790 Liter 30° Tw. oder 52,68 % der Gesamtsäure-
menge vom Salz.
3. Das Ofengas wurde getrennt in einem Kockturm kondensiert; das abziehende Gas enthielt 0,75 grains H Cl im Kubikfuß oder 1,716 g H Cl im cbm. Die Geschwindigkeit des Gasstromes war derart, daß 0,131 grains H Cl pro Kubikfuß oder 0,29 g H Cl im cbm = 1 % Verlust von dem auf den Ofen fallenden Teil des Gesamtsalzsäuregases (zu $\frac{1}{3}$ angenommen) ausmachte; — da dies aber nicht immer zutreffend war, so konnte man auch sagen, daß 0,86 g H Cl im cbm Gas einen Verlust von 1 % der Gesamtsalzsäuremenge der ganzen Sulfatanlage anzeigten. Mithin gingen 1,91 % der Gesamtmenge von Salzsäure als nicht kondensiert verloren, welche ausschließlich vom Ofengase abziehen waren.
4. Die durchschnittliche Zersetzung im H.-D.-Prozesse während der Versuchsdauer betrug 46,04 %, so daß also 53,96 % des überhaupt in den H.-D.-Prozess hineingegangenen H Cl unzersetzt geblieben waren und nachträglich kondensiert wurden.
5. Die nachträglich kondensierte Salzsäure zusammen mit der schwachen Säure vom Waschturm enthielt 0,25 g freies Chlor gelöst auf je 100 g H Cl.
6. An Chloratrolauge wurden erhalten: 157 300 Liter (entsprechend etwa 44 Tons Chlorkalk), 1 ccm derselben oxydierte 1,058 g schwefelsaures Eisenoxydul - Ammoniak (Mol. 392).
7. Die Proportion von CaCl^2 : CaCl^2O^6 war 5,6 : 1.
8. Aus dem Kalkturm hinter den Oktagons entwich als unabsorbiert 1 % der in die Oktagons eingetretenen Chlormenge.

Aus diesen 8 Angaben ließen sich 9 Verteilungsposten der Gesamtsalzsäuremenge folgendermaßen berechnen:

Die Chloratrolauge enthielt $157\,300 \times 1,058 \times 0,0905$ oder 15 061,3 kg oxydierendes Chlor, oder 14,98 % der Gesamtmenge aus

181,15 Tons Kochsalz. Auch alle ferneren Prozentzahlen sollen, wenn nicht ausdrücklich anders gesagt wird, auf die Gesamtmenge von Salzsäure oder Chlor lauten.

Von den 14,98 % war $\frac{1}{6}$ oder 2,50 % im Chlorat enthalten, ferner $\frac{5}{6}$ in den 5 Äquivalenten CaCl^2 oder 12,48 %; endlich $\frac{0,6}{6}$ oder 1,50 % in dem Überschufs an CaCl^2 , der unter Entbindung von Sauerstoff entstanden war. Die Chloratrohlauge enthielt also im ganzen 16,48 %.

Von der Gesamtmenge Chlor, welche in die Oktagons eintrat, ist 1 % unabsorbiert entwichen; also lehrt die Proportion:

$$99 : 100 = 16,48 : (16,48 + x),$$

$$x = 0,17 \% \text{ unabsorbiert entwichen,}$$

dafs im ganzen 16,65 % als Chlor in die Oktagons eingetreten sind.

Dies ist aber noch nicht die ganze Menge Chlor, welche im H.-D.-Prozesse erzeugt wurde, da ja beim Kondensieren des unzersetzt gebliebenen Teiles des HCl in der schwachen Salzsäure sich auch etwas Chlor mit auflöste. Bezeichnete man diesen Anteil, welcher sich als Chlor auflöste, mit a %, so waren im ganzen nachweisbar $(16,65 + a)$ % als Chlor aus dem Zersetzer hervorgegangen.

Nach dem Punkt 5 enthielt die schwache Säure auf je 100 g HCl 0,25 g freies Chlor gelöst. Diese Angabe war aber mit einem so großen Beobachtungsfehler behaftet, dafs man unbedenklich statt 0,25 g Cl auch 0,25 g HCl als Chlor setzen konnte. Um diesen Anteil des Chlors zu berechnen, mufste man die Menge HCl kennen, welche als unzersetzt nachträglich kondensiert worden war.

Die Zersetzung betrug 46,04 % der in den Prozeß eingegangenen Menge. Diese letztere berechnete sich aus der Proportion:

$$46,04 : 100 = (16,65 + a) : y,$$

$$\text{zu } y = \left(36,164 + \frac{100 a}{46,04} \right) \%.$$

Zog man hiervon diejenige Menge ab, welche Chlor gegeben hatte, nämlich $(16,65 + a)$ %, so blieben

$$\left(19,514 + \frac{53,96}{46,04} a \right) \%$$

als nachträglich kondensirt übrig. Nun konnte man die Proportion ansetzen:

$$100 : 0,25 = \left(19,514 + \frac{53,96}{46,04} a \right) : a,$$

woraus folgte $a = 0,05\%$ als Chlor in der schwachen Säure absorbiert. Setzte man diesen Werth von a ein, so erhielt man als Gesamtmenge des erzeugten Chlors

16,70 %

und als Gesamtmenge der nachträglich kondensierten Salzsäure

19,57 %.

Da von der Pfanne allein 52,68 % als Salzsäure kondensiert erhalten wurden, so sind von der Pfanne im ganzen 52,68 + 16,7 oder 69,38 % abgegeben worden. Für den Ofen blieben also übrig 30,62 %, wovon jedoch der Verlust von 1,91 % als nicht kondensiert und durch den Kamin entwichen in Abzug zu bringen war, so dafs also vom Ofen 28,71 % kondensiert wurden.

Endlich, da von den 52,68 %, die von der Pfanne als Salzsäure erhalten wurden, 19,57 % nachträglich als unzersetzt kondensiert worden waren, so blieben 33,11 % als vorher zwischen Sulfatschale und dem H.-D.-Prozefs kondensiert übrig. Dieser Betrag war so grofs, weil man zum Zwecke des Messens die schwache Säure vom Waschturm durch die Kühlgefäfsse und samt der darin kondensierten Säure in den ersten Sandsteinkasten fliefsen liefs, welcher das Pfannengas empfing.

Aus dem letzteren wurde daher nicht blofs so viel HCl kondensiert, als seinem Wassergehalt entsprach — wie im gewöhnlichen Gange der Arbeit — sondern auch noch so viel, als die schwache Säure aufnehmen konnte.

Aufserdem enthielt der Posten von 33,11 % auch noch alle diejenigen Verluste, welche sich einer direkten Messung oder Schätzung entzogen, wie z. B. diejenige Menge von Salzsäure, welche durch gelegentliches Auspuffen aus der Pfanne verloren ging und etwaige Verluste von Salzsäure oder Chlor, welche durch Undichtigkeiten des Überhitzers und Zersetzers mit den Feuer gasen abzogen; ferner die Verluste an Chlor während des Herausnehmens und Erneuerns des zersetzenden Materials in den einzelnen Abteilungen und andere mehr.

Man erhielt also folgendes Resultat:

Von 100 Teilen Salzsäure wurden:

- 1,91 % verloren durch unvollständige Kondensation des Ofengases,
- 28,71 - vom Ofengase als Salzsäure kondensiert,
- 33,11 - vom Pfannengase vor Eintritt in den H.-D.-Apparat kondensiert,
- 19,57 - gingen unzersetzt durch den H.-D.-Apparat und wurden nachträglich kondensiert.
- 0,05 - als Chlor in der schwachen Salzsäure absorbiert,
- 1,50 - gingen als Sauerstoff verloren unter Hinterlassung von CaCl^2 ,
- 12,48 - verbraucht, um 5 Äquivalente CaCl^2 zu bilden,
- 2,50 - gingen in die Verbindung CaCl^2O^6 ein,
- 0,17 - entwichen unabsorbiert als Chlor,

100,00 % Gesamtsäuremenge.

Diese Resultate sind auf folgender Tafel in etwas übersichtlicherer Weise geordnet:

Verteilung des Chlors zwischen Salz und Chloratrolauge im Hurter-Deacon-Prozess.

Von 100 Gewichtsteilen der Gesamtsalzsäure wurden:

vom Ofen = 30,62 %	{	1,91 % nicht kondensiert,	1,91 % verloren,
		28,71 - kondensiert,	
		33,11 - vorher kondensiert,	
von der Pfanne = 69,38 -	{	19,57 - nachher kondensiert,	= 81,39 - als Salzsäure erhalten,
		16,70 - als Chlor erhalten,	16,70 - als Chlor erhalten,
100,00 %	100,00 %		100,00 %.

In den Hurter-Deacon-Prozess eingetreten sind nur 36,27 % der Gesamtmenge.

Von 100 Gewichtsteilen des erzeugten Chlors sind:

- 0,3 % in der schwachen Säure des Waschturmes verloren gegangen,
- 9,0 - als Sauerstoff in den Oktagons verloren gegangen unter Hinterlassung von CaCl^2 ,
- 74,4 - verbraucht worden, um 5 Äquivalente CaCl^2 zu bilden,
- 15,0 - in die Verbindung CaCl^2O^6 eingetreten,
- 1,0 - unabsorbiert entwichen,

100,0 % Gesamtchlor = 16,7 % der Gesamtsäuremenge.

Überlegen-
heit des
Hurter-
Deacon-
Verfahrens.

Die Verteilung des wirklich erzeugten Chlors bewies die un-
erreichbare Überlegenheit des H.-D.-Prozesses über den Weldon-
Prozess, den reinen Manganerz-Prozess, und selbst über den
Mutterlaugen-Chlorentwickler.

Dr. Hurter*) nahm 1882 eine durchschnittliche Zersetzung
von 50 % an und damit folgende schematische Übersicht seines
Prozesses:

Verteilung
nach Hurter.

Von 100 Teilen Gesamtsalzsäure kommen:

66 von der Pfanne und 34 vom Ofen

11 vorher kondensiert, 55 gehen zum H.-D.-Prozess,

27 $\frac{1}{2}$ werden zersetzt und 27 $\frac{1}{2}$ nachher kondensiert.

Legte man diese Verteilung den weiteren Berechnungen zu
Grunde, so erhielt man also aus 100 Teilen H Cl:

27 $\frac{1}{2}$ als Chlor, und

72 $\frac{1}{2}$ als Salzsäure

mit den üblichen Verlusten, welche für den Weldon-Prozess und
den Mutterlaugen-Chlorentwickler verfügbar wurden. Die 27 $\frac{1}{2}$
Teile lieferten 15,0 % als im Calciumchlorat enthaltenes Chlor
oder 4,125 % der Gesamtmenge. Da nun 207 g CaCl^2O^6 71 g
Cl enthalten oder 73 g H Cl entsprechen, so hatte man die Pro-
portion:

$$73 : 207 = 4,125 : x,$$
$$x = 11,697 \text{ g } \text{CaCl}^2\text{O}^6.$$

Aus 100 kg H Cl oder 331,1 kg Salzsäure von 30° Tw. oder
287,0 Litern erhielt man also:

11,697 kg CaCl^2O^6 in der Chloratrolauge, und
72 $\frac{1}{2}$ kg H Cl oder 240 kg Salzsäure 30° Tw.

Diese Menge Salzsäure sollte nach der Tafel auf Seite 135
mit dem Weldon-Prozess und dem Mutterlaugen-Chlorentwickler
praktisch 8,155 kg fertiges Chlorat erzeugen.

Rechnete man bei den 11,697 kg Calciumchlorat wie früher
einen Verlust von 30 % durch Einkochen der Laugen und dann

*) Privatmitteilung.

blofs eine Ausbeute von 75 % als fertiges Kaliumchlorat, so blieben blofs 52,5 % oder 6,141 kg Calciumchlorat oder 7,268 kg Kaliumchlorat als fertiges Produkt übrig.

Also erhielt man folgendes Resultat:

Von 100 kg HCl oder 331,1 kg Salzsäure 30° Tw. lieferten:

91,1 kg Salzsäure mit Hurter-Deacon-Prozefs 7,268 kg fertiges Chlorat

240,0 kg	"	"	} Weldon- und Mutter- laugen-Chlorentwickler	} 8,155 kg	" "

331,1 kg Salzsäure 30° Tw. im ganzen 15,423 kg fertiges Chlorat.

Daraus berechnet sich folgende Tabelle:

1 Ton Kaliumchlorat erforderte mit Hurter-Deacon-Prozefs und dem Weldon- und Mutterlaugen-Chlorentwickler:

Säureverbrauch bei Kombination aller drei Prozesse.

Praktisch: 18 967 Liter Salzsäure von 30° Tw.

= 21 814 kg " "

= 21,47 Tons " "

= 11,67 " Salz von 90 % NaCl,

= 13,07 " Sulfat von 96 % Na²SO⁴.

Für Fabriken, welche nicht genötigt sind, die beim Hurter-Deacon'schen Prozefs abfallende Salzsäure selber im Weldon-Prozefs zu verbrauchen, sondern welche dieselbe verkaufen können, würde man die Rechnung etwas anders zu stellen haben. Man würde dann für eine Produktion von 7,268 kg Kaliumchlorat 91,1 kg Salzsäure von 30° Tw. verbrauchen, und nebenher noch 240 kg Salzsäure von 30° Tw. zum Verkauf gewinnen. Oder:

Pro 1 Ton Kaliumchlorat würde man mit dem Hurter-Deacon'schen Prozefs allein praktisch verbrauchen:

11 070 Liter Salzsäure von 30° Tw.,

= 12 730 kg " "

= 12,53 Tons " "

und nebenher noch zum Verkauf erhalten:

29 164 Liter Salzsäure von 30° Tw.,

= 33 548 kg " "

= 33,02 Tons " "

Um nun alle die gewonnenen Resultate noch einmal übersichtlich zusammenzustellen, so würde man — nur die praktischen Zahlen berücksichtigend — über den Verbrauch von Salz-

säure in der Fabrikation von chlorsaurem Kali folgende Tafel erhalten:

1 Ton Kaliumchlorat erforderte:

General-
Tabelle über
Säure-
verbrauch.

	Liter Salzsäure 30° Tw.	Oder kg Salzsäure 30° Tw.	Oder Tons Salzsäure 30° Tw.	Oder Salz Tons	Oder Sulfat Tons
Mit Weldon-Prozefs allein	34900	40134	39,5	21,5	24,2
Mit Weldon-Prozefs u. Mutterlaugen-Chlor- entwickler	26000	29900	29,43	16	18
Mit Hurter-Deacon- Prozefs u. d. Weldon- Prozefs u. dem Mutter- laugen Chlorentwickler	18967	21814	21,47	11,67	13,07
Mit Hurter-Deacon- Prozefs allein*)	11070	12730	12,53	24,69	27,65
*) Nebenbei gewonnen	29164	33548	33,02		

Aus dem Salzsäureverbrauch für das Kaliumchlorat leitete man auch gern eine Relation zum Chlorkalk ab. Pro 1 Ton Chlor-kalk verbrauchte man mit dem Weldon-Prozefs ca. 4444 Liter Salzsäure von 30° Tw., doch schwankte diese Zahl nach mehr oder weniger genauen Messungen zwischen 4100 und 4900 Litern. Für 1 Ton Kaliumchlorat erforderte man nun 7 bis 8mal so viel Salzsäure und setzte daher, um die Chlorproduktion der Fabrik einheitlich auszudrücken, 1 Ton Chlorat = 7 bis 8 Tons Chlor-kalk.

Liefs man die nebenbei gewonnene Salzsäure und das Sulfat aufser Berechnung, so nahm man 1880 in Widnes an, dafs man zur Fabrikation von 1 Ton 35 %igem Chlorkalk mit Weldon-Prozefs mindestens 2,80 Tons Kochsalz, und bei alleiniger Anwen-dung des Pfannengases mindestens 3,45 Tons Kochsalz zersetzen müfste, während man mit dem Hurter-Deacon-Prozefs bei alleiniger Benutzung des Pfannengases nur 1,60 Tons bis höchstens 2 Tons Kochsalz nötig hätte.

Rechnete man diese Zahlen auf Kaliumchlorat um, so erhielt man folgende praktische Regel:

Pro 1 Ton Kaliumchlorat mußte man zersetzen:

Wenn 1 Ton Chlorat gesetzt wurde gleich	7 Tons Chlorkalk	8 Tons Chlorkalk
Weldon-Prozefs erforderte mindestens	19,6 t Salz	22,4 t Salz
„ bei alleiniger Anwendung des Pfannengases	24,2 „	27,6 „
Hurter-Deacon-Prozefs mit mit Pfannengas allein . . .	11,2—14 „	12,8—16 „

Salzverbrauch.

Unter Benutzung der Durchschnittszahlen der Muspratt-schen Fabrik und der Tabelle auf Seite 142 kann man für den Säureverbrauch für die Fabrikationen von Chlorkalk und chlorsaurem Kali folgende Beziehungen berechnen:

Relationen.

- 1 Ton Chlorat mit Weldon verbraucht 7,33 mal so viel Salzsäure als 1 Ton Chlorkalk mit Weldon.
- 1 Ton Chlorat mit Weldon verbraucht 8 bis 10 mal so viel Salzsäure als 1 Ton Chlorkalk mit Deacon.
- 1 Ton Chlorat mit Deacon verbraucht 4,7 bis 5,85 mal so viel Salzsäure als 1 Ton Chlorkalk mit Deacon.
- 1 Ton Chlorat mit Deacon verbraucht 2,7 bis 3,3 mal so viel Salzsäure als 1 Ton Chlorkalk mit Weldon.

Für den Verbrauch von Kohlen in der Fabrikation von chlorsaurem Kali liegen nur unsichere Angaben vor. Während der Jahre 1874 bis 1877 rechnete man, daß man im ganzen 15 Tons Steinkohle verbrauchte, um 1 Ton fertiges Chlorat herzustellen. Im Jahre 1880 nahm man 16 Tons an, während man für 1 Ton Chlorkalk mit Weldon-Prozefs 1 Ton und mit Hurter-Deacon-Prozefs $\frac{1}{2}$ Ton Kohle verbrauchte.

Kohlenverbrauch.

Zur Berechnung des Kohlenverbrauchs konnte man folgendermaßen verfahren:

Für eine Produktion von 3000 kg Kaliumchlorat pro Woche erforderte man:

1 Dampfkessel im Oktagonhause, welcher in 24 Stunden 3 bis 3½ Tons Kohle verbraucht, oder pro Woche von 7 Tagen	= 24 Tons
7 erste Einkochungen à 14 300 Liter zu je 2 Tons	= 14 "
4 Mutterlaugen-Einkochungen à 1 Ton Kohle	= 4 "
1 Dampfkessel im Krystallhause, welcher in 24 Stunden 1500 kg Kohle verbrennen kann, aber nur während der 6 Wochentage über Tage voll betrieben wird	= 7 "
1 Mutterlaugen-Einkochung à 2 Tons Kohle	= 2 "
im ganzen	

oder pro 1 Ton Chlorat: 17 Tons Kohle, welche sich folgendermaßen verteilte:

10⅓ Tons Kesselkohle für 2 Dampfkessel,	
6⅔ " Brennkohle für die Pfannenfeuerungen.	
<hr/>	
= 17,0 Tons Kohle im ganzen.	

Eine erste Einkochung von 14 300 Litern wurde gebracht auf 5 700 "

also wurde Wasser verdampft . . 8 600 Liter durch 2000 kg Kohlen, oder:

1 kg Kohle verdampfte 4,3 kg Wasser.

Je 1,6 erste Mutterlaugen oder 9 120 Liter wurden eingengt zu 6 750 "

also wurden dabei verdampft 2 370 Liter Wasser durch 1000 kg Kohlen, oder:

1 kg Kohle verdampfte 2,37 kg Wasser.

Im ganzen wurden also pro Woche verdampft:			
7 × 8 600	oder	60 200	Liter Wasser durch 14 000 kg Kohlen
4 × 2 370	oder	9 480	" " " 4 000 kg "
<hr/>			
oder 69 680 Liter Wasser durch 18 000 kg Kohlen,			

oder es fand eine mittlere Verdampfung statt von 1 kg Kohle = 3,87 kg Wasser.

Und dies Resultat entsprach auch anderweitigen Beobachtungen beim Eindampfen von Chloreciumlauge.

Unter der Steinkohle ist gute Kessel- und Brennkohle in Stücken von Nufsgröße mit 10–15 % Aschengehalt verstanden.

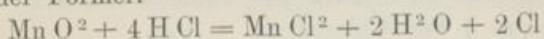
Der Verbrauch an Manganerz für die Fabrikation von chlorsaurem Kali richtete sich nach den Manganverlusten, mit denen überhaupt der Weldon-Prozess betrieben wurde. Manganerz-Verbrauch.

Mit dem Weldon-Prozess allein verbrauchte man bis 1877 nach Seite 127 pro 1 Ton Chlorat 34900 Liter Salzsäure von 30° Tw. oder 39,5 Tons. Davon gaben 33 % Chlor, nämlich

13,035 Tons Salzsäure von 30° Tw.
 = 3,937 „ H Cl
 = 3,829 „ Cl oder 3891 kg Chlor,
 = 1227 cbm Chlor.

Zur Produktion von 1 Ton Chlorat mußte man 4,8 bis 5 Oktogons sättigen. Jedes Oktagon erforderte daher 257 bis 246 cbm Chlorgas, wovon 25,5 % auf unerklärliche Weise verloren gingen.

Nach der Formel:



wurden die 3891 kg Chlor aus 5480 kg Mn O² oder 7830 kg Manganerz von 70 % in Form von Weldon-Schlamm erzeugt.

Bis 1877 verbrauchte man pro 1 Ton Chlorat, um die Manganverluste im Weldon-Prozess zu ersetzen, ca. 12 Cwts. oder 609,6 kg Manganerz von 70 % Mn O². Dies betrug etwa 7,8 % der im Prozess cirkulierenden Menge. Seit Einführung der Filterpressen, durch welche man, ohne die Manganlauge zu verdünnen, den größten Teil des im Schlamm der Klärgefäße enthaltenen Manganchlorids dem Prozess erhielt, gelang es, den Verlust allmählich derart herabzudrücken, daß man pro 1 Ton Chlorat nur noch 249 kg Braunstein verbrauchte — nach einer Angabe vom Juni 1880. Dies würde 3,06 % des überhaupt verwendeten Mn O² entsprechen.

Man konnte also annehmen, daß man bei guter Leitung des Weldon-Prozesses pro 1 Ton Chlorat nicht mehr als 250 kg Manganerz verbrauchte.

Bei Benutzung des Hurter-Deacon'schen Prozesses mußte man auch die mit Kupferchlorid getränkten Thonbruchstücke als Rohmaterial betrachten. Verbrauch an zersetzendem Material.

In der Fabrik von James Muspratt & Sons in Widnes gebrauchte man 1880 zur Herstellung von 30 Tons zersetzendem Material 250 bis 300 kg Kupferpräcipitat von 75 bis 80 % Cu im trockenen Zustande. Mit demselben konnte man innerhalb sechs Wochen 6 mal 7 Oktogons sättigen oder 6 mal 3000 kg Chlorat

fabrizieren. Man verbrauchte also pro 1 Ton Chlorat 14 bis 17 kg Kupferpräcipitat.

Während der 6 Monate vom 1. Oktober 1880 bis zum 1. April 1881 produzierte man mit dem Hurter-Deacon'schen Prozeß 36 Tons Kaliumchlorat und verbrauchte an zersetzendem Material: 27 000 Stück Ziegel zu etwa 24 Mark pro 1000 = Mk. 648,00
1219,2 kg Kupferpräcipitat zu 15 Mark pro % Cu
in 1 Ton = Mk. 1042,33
63,5 kg Kupferhammerschlag = Mk. 76,25

Kosten des zersetzenden Materials = Mk. 1766,58

also pro 1 Ton Chlorat = 49 Mark ohne Arbeitslöhne.

Die Herren Gaskell, Deacon & Co. in Widnes*) gaben 1877 die Gesamtkosten für Herstellung und Manipulation des zersetzenden Materials zu 3 Mark pro Tonne Chlorkalk oder zu 22 bis 24 Mark pro 1 Ton Chlorat an.

Die Netham Chem. Co. in Bristol produzierte 1880 mit 27 Tons zersetzendem Material mit 350 bis 500 kg Kupferoxyd oder Hammerschlag: 1000 Tons Chlorkalk oder 125 bis 133 Tons Chlorat. Hiernach würden pro 1 Ton Chlorat höchstens 4 kg Cu O verbraucht worden sein. Für Herstellung der mit Kupferchlorid getränkten Thonstücke, Einfüllen derselben und Entleeren und alle damit verbundenen Arbeiten rechnete man £ 120—125 pro 1000 Tons Chlorkalk, oder pro 1 Ton Chlorat 18—20 Mark Gesamtausgaben.

Kalk-
verbrauch. An Kalk sollte man zur Fabrikation von 1 Ton Kaliumchlorat nicht mehr als $2\frac{3}{4}$ Tons Buxton-Kalk von 91 % Ca O verbrauchen. Dies war in der Muspratt'schen Fabrik in Widnes der Jahresdurchschnitt von 1879. Thatsächlich schwankte der Bedarf jedoch zwischen 2,2 bis 3,1 Tons. Wollte man denselben berechnen, so konnte man auf folgende Weise verfahren:

Zur Beschickung eines Oktagons — einer Produktion von 225 kg Kaliumchlorat entsprechend — nahm man 700 bis 800 kg Kalkhydratpulver von 67 % CaO, also 469 bis 536 kg CaO. Oder in gebranntem Kalk mit 91 % CaO umgerechnet: 515 bis 589 kg. Also: pro 1 Ton Chlorat 2,29 bis 2,62 Tons Kalk.

Oder auch anders: Pro 1 Ton Chlorat entstanden nach Seite 120 ca. 5 Tons CaCl². Da nun 111 Gewtl. CaCl² 61,5 Gewtl.

*) Siehe Anmerkung auf Seite 163.

Kalk von 91 % Ca O entsprachen, so verbrauchte man für 1 Ton Chlorat 2,77 Tons gebrannten Kalk.

Die direkten Verluste an Kalk waren geringfügig und beschränkten sich fast nur auf die dem Überschufs an CaCl^2 über die Proportion von $5 \text{CaCl}^2 : 1 \text{CaCl}^2 \text{O}^6$ entsprechende Menge Kalk. War z. B. das Molekülverhältnis 5,5 : 1, so ergab die Proportion:

$$6,5 : 0,5 = 100 : 7,7$$

einen dadurch herbeigeführten Kalkverlust von 7,7 % der angewendeten Menge. In ähnlicher Weise ist folgende Tabelle berechnet worden:

Proportion von $\text{CaCl}^2 : \text{CaCl}^2 \text{O}^6$	Kalkverlust
5,0 : 1	0,0 %
5,1 : 1	1,6 -
5,2 : 1	3,2 -
5,3 : 1	4,7 -
5,4 : 1	6,3 -
5,5 : 1	7,7 -
5,6 : 1	9,1 -
5,7 : 1	10,4 -
5,8 : 1	11,8 -
5,9 : 1	13,0 -
6,0 : 1	14,3 -

Der Verlust an Kalk im Schlamm der Klärgefäße war vollständig zu vernachlässigen. Viel bedeutender waren dagegen die indirekten Kalkverluste durch schlechtes Ausbringen von Chlorat. Daher kam die Erscheinung, daß, wenn der Chlorkaliumverbrauch hoch war, auch der Kalkverbrauch zunahm, und daß der Verbrauch beider Rohmaterialien gleichzeitig sich verringerte. Denn theoretisch sollten je 2 Mol. KClO^3 nur 6 Mol. Ca O erfordern oder 1 Ton $\text{KClO}^3 : \frac{336}{245}$ oder 1,37 Tons Ca O erfordern. Tatsächlich aber verbrauchte man $2\frac{3}{4}$ Tons Kalk mit 91 % Ca O oder 2,5 Tons Ca O. Mithin hatte man eine Ausnutzung des Kalkes von nur 54,8 %, während 45,2 % notwendigerweise verloren gingen. Diese Zahlen entsprachen ziemlich genau den für das Chlorat selbst gefundenen. Aus dem in der Oktagonlange vorhandenen Chlorat konnte man auch nur auf ein Ausbringen

von 52,5 % rechnen, während 47,5 % teils zerstört wurden, teils verloren gingen, teils in der Mutterlauge gelöst blieben.

Bei einem so großen indirekten Kalkverlust konnten die kleinen direkten Verluste nur einen unbedeutend modifizierenden Einfluss ausüben.

Wasser-
verbrauch.

Den Wasserbedarf konnte man auf folgende Weise annähernd berechnen:

Eine Einkochung erforderte 14 300 Liter Wasser, wenn man die Volumenzunahme durch die Absorption des Chlors vernachlässigte, und entsprach einer Produktion von 450 kg Kaliumchlorat; also erforderten 1000 kg Chlorat

für Chloratrohlauge	31 555 kg Wasser
für 10 ¹ / ₃ Tons Kesselkohle zu 7facher Verdampfung	72 333 „ „
für Aufrühren des Kalkschlammes der Klärgefäße	1 000 „ „
für Waschen der Feinkristalle	1 000 „ „

Im ganzen = 105 888 kg Wasser.

Rechnete man nun noch den Bedarf an Wasser hinzu für Auswaschen der Oktagons und Messcylinder, ferner für die Auflösungen im Krystallhause, so durfte man annehmen, daß die Fabrikation von 1 Ton Kaliumchlorat mindestens 106 cbm Wasser erforderte.

Dabei ist noch zu bemerken, daß das Wasser zum Auflösen der Rohkrystalle, namentlich aber dasjenige zum Waschen der Feinkristalle möglichst chlorfrei sein mußte.

Kritik.

Bei Untersuchung der Verluste an den Rohmaterialien kam man gar leicht zu der Ansicht, daß sich an dem einen oder dem anderen eine Ersparnis erzielen ließe; aber man mußte stets bedenken, daß eine Ersparnis an der einen leicht eine Verschwendung an einer anderen Stelle bedeuten könnte, und daß die einzige Entscheidung hierüber nur in dem mehr oder weniger großen Gesamtbetrage der Fabrikationskosten lag. Die einzelnen Verluste wurden daher derart gegeneinander abgewogen, daß das Gesamtergebnis das günstigste war, welches man unter den obwaltenden Verhältnissen erreichen konnte.

Fabrikations-
resultate.

Folgende Tabelle giebt die Fabrikationsresultate für eine Reihe von Jahren nach den Jahreszeiten geordnet:

Zeit	Produktion an Kaliumchlorat	1 Ton Chlorat gleich Tons Chlorkalk	Chlorkalium verbraucht pro 1 Ton Chlorat	Kalk verbraucht pro 1 Ton Chlorat	Salzsäure von 30° Tw. pro 1 Ton Chlorat	Salz zersetzt pro 1 Ton Chlorat	% des Gesamt- Chlorkaliums für Mutterlaugen- Chlortwickler		
								Tons	Tons
Januar, Februar, März	1877	47,95	6,95	0,854	2,38	27 970	19,3	15,89 %	
	1878	32,50		0,93	2,63			15,37 "	
	1879	38,50		0,82	2,50			18,93 "	
	1880	26,25		0,88	2,35			35 730	16,89 "
	1881	48,45		0,97	2,68			40 540	16,00 "
April, Mai, Juni	1877	51,75	7,66	0,92	2,90	33 190	20,1	19,35 "	
	1878	33,25		0,90	2,50			18,39 "	
	1879	36,55		0,87	2,88			17,81 "	
	1880	31,35		0,98	3,16			16,00 "	
Juli, August, September	1877	50,05	7,29	0,99	3,10	35 590	21,5	23,66 "	
	1878	39,45		0,92	3,00			18,23 "	
	1879	45,85		0,93	2,87			14,87 "	
	1880	40,30		1,03	3,61			12,10 "	
Oktober, November, Dezember	1877	49,80	7,42	0,87	2,80	32 590	21,4	16,02 "	
	1878	37,10		0,88	2,70			17,08 "	
	1879	47,40		0,88	2,63			34 780	15,10 "
	1880	51,60		0,95	2,92			38 855	16,59 "

Die Schwankungen in den Produktionen der einzelnen Jahre, ja einzelnen Monate wurden hauptsächlich veranlaßt durch die Schwankungen des relativen Preisverhältnisses von Chlorkalk und chlorsaurem Kali, resp. der Gesteungskosten. Man kann aus der Tabelle entnehmen, daß der allgemeine Preisrückgang der Produkte der Sodaindustrie das chlorsaure Kali 1877 noch nicht in demselben Maße ergriffen hatte, wie den Chlorkalk, daß aber seit 1878 auch das chlorsaure Kali im Preise sank und sich nur gegen Ende 1880 im Verhältnis zum Chlorkalk wieder hob. Im Mittel aus den 4 Jahren verbrauchte man pro 1 Ton Chlorat 7,33 mal so viel Salzsäure als für 1 Ton Chlorkalk. Der Chlorkaliumverbrauch stellte sich im Durchschnitt auf 0,914 Tons pro Ton Chlorat, der Kalkverbrauch auf 2,809 Tons, und es ist ersichtlich, daß für beide Rohmaterialien der Sommer ungünstiger ist, als der Winter, und daß beide zusammen gleichzeitig steigende oder fallende Verbrauchsziffern aufweisen.

Die Chlorkaliummenge, welche für die mit dem Mutterlaugen-

Chlorentwickler bereitete Chloratrohlauge verbraucht wurde, betrug ziemlich genau $\frac{1}{6}$ des Gesamtchlorkaliums, nämlich statt $16\frac{2}{3}\%$ im Durchschnitt der 4 Jahre $17,02\%$, und zwar im Sommer etwas mehr als im Winter.

Die Salzsäure ist nicht regelmäfsig mit derselben Genauigkeit gemessen worden, und die mitgetheilten Zahlen leiden an Beobachtungsfehlern.

Noch ist zu bemerken, dafs der Hurter-Deacon'sche Prozeß vom Dezember 1875 bis zum 6. April 1880 nicht benutzt wurde und erst mit diesem Tage wieder in Betrieb kam. Derselbe lieferte $1\frac{1}{2}$ bis 2 Tons Chlorat pro Woche, und zwar zu einem etwas geringeren Gestehungspreise als der Weldon-Prozeß, so dafs seit dieser Zeit die Fabrikation von Chlorat im Vergleich zu der des Chlorkalkes wieder etwas lohnender wurde.

General-
tabelle. Fabrikationsresultate während der Jahre 1877, 78, 79, 80.

Bezeichnungen	I. Qu.	II. Qu.	III. Qu.	IV. Qu.	Durchschnitte der 4 Jahre
Produktion an Kaliumchlorat	30,30 t	38,22	43,91	46,48	164,91 t pro Jahr
Chlorkalium pro 1 Ton Chlorat	0,874 t	0,920	9,968	0,893	0,914 t
Kalk pro 1 Ton Chlorat	2,463 t	2,865	3,145	2,763	2,809 t
Salzsäure von 30° Tw. „	31 850 l	33 190	35 590	35 408	34 009 l
Salz von 90 % Na Cl „	19,3 t	20,1	21,5	21,4	20,58 t
Chlorkalium für Mutterlaugen-Chlorentwickl. Twaddel	16,77 %	17,89	17,22	16,20	17,02 %
Total-Chlorat als $KClO^3$	76,0 ⁰	78,9	80,6	76,5	78 ⁰
Mutterlauge: Kalium, Gramme pro Liter	40,373 g	45,761	51,739	39,747	44,405 g pro l
Wirkliches $KClO^3$	9,997 g	10,593	12,646	10,283	10,880 „
$CaCl^2O^6$	31,398 g	33,268	39,711	32,300	34,177 „
Dies ist äquivalent $KClO^3$	7,583 g	10,530	10,203	6,202	8,652 „
$CaCl^2$, Gramme pro Liter	8,975 g	12,463	12,028	7,447	10,228 „
Salzsäure 30° Tw. pro 1 Ton Chlorkalk	481,73 g	493,46	513,54	484,24	493,24 „
Salz pro 1 Ton Chlorkalk	4580 l	4330	4880	4773	4641 l 30° Tw.
1 Ton Chlorat = Tons Chlorkalk	2,77 t	2,63	2,96	2,89	2,82 t
	6,95 t	7,66	7,29	7,42	7,33 t

Um die Durchschnitte der 4 Jahre leichter zu übersehen, sind dieselben mit noch einigen anderen Beobachtungen in vorstehender Generaltabelle der Fabrikationsresultate nach den Quartalen zusammengestellt.

Die Berechnung der Arbeitslöhne war dadurch erschwert, ^{Arbeitslöhne} dafs so viele Prozesse erforderlich waren, aber nur teilweise zur Fabrikation von chlorsaurem Kali benutzt wurden, nämlich:

- der Sulfat-Prozefs, welcher zum Hurter-Deacon-Prozefs blofs das Pfannengas abgab,
- die Kondensation der Salzsäure,
- der Weldon-Prozefs, der auch zur Fabrikation von Chlor-kalk diente,
- der Hurter-Deacon-Prozefs, und
- der eigentliche Chlorat-Prozefs.

Im Jahre 1880 und anfangs 1881 wurden in der Fabrik von James Muspratt & Sons in Widnes für den eigentlichen Chlorat-Prozefs pro Woche folgende Löhne gezahlt:

am eigent-lichen Chlorat-prozefs incl. Mutter-laugen-Chlor-entwickler,

I. Im Oktagonhause:

An 2 Vorarbeiter	4,25 Mk. pro Schicht, 14 mal 4,25	= Mk.	59,50
2 Gehilfen	3,50 Mk. pro Schicht, 14 mal 3,50	= "	49,00
2 Kesselheizer	4 Mk. pro Schicht, 14 mal 4	= "	56,00

II. Im Krystallhause:

1 Vorarbeiter	4,50 Mk. pro Schicht und 0,25 Mk. für je 50 kg über 3000 kg pro Woche, nur bei Tage arbeitend, 7 mal 4,50	= "	31,50
1 Gehilfe	3,50 Mk. pro Schicht und 0,16 Mk. für je 50 kg über 3000 kg pro Woche, 7 mal 3,50	= "	24,50
1 Knabe,	2 Mk. pro Schicht, 7 mal 2	= "	14,00
1 Aufseher	angenommen zu	= "	35,00

im ganzen . . . = Mk. 269,50.

Blieb die Wochenproduktion unter 3 Tons, so wurden keine Gratifikationen gezahlt. Dieselben beliefen sich:

Bei einer Wochenproduktion von	3 Tons	3,5 Tons	4 Tons	4,5 Tons
		Mk.	Mk.	Mk.
An den Vorarbeiter auf	0	2,50	5,00	7,50
An den Gehilfen auf	0	1,60	3,20	4,80
Also im ganzen auf	0	4,10	8,20	12,30

Diese Beträge hatte man noch den 269,50 Mk. Arbeitslöhnen zuzufügen, um den Gesamtbetrag des Wochenlohnes für die Fabrikation der betreffenden Chloratmengen zu erhalten.

Wollte man wissen, wie sich diese Summe auf die Chloratmengen verteilte, welche mit Weldon-Gas, dem Gas des Mutterlaugen-Chlorentwicklers oder des Hurter-Deacon-Prozesses dargestellt worden waren, so konnte man dieselbe einfach den betreffenden Quantitäten von Chloratrolauge proportional verteilen, da die Manipulationen in allen drei Fällen genau dieselben blieben.

In dieser Summe waren die Ausgaben für Handwerker und Verpackung, für Reparaturen und Ersatzstücke nicht mit eingeschlossen. Hierzu waren nun noch die Ausgaben für die Darstellung des Chlorgases durch den Weldon-Prozess oder den Hurter-Deacon-Prozess zu addieren.

am Deacon-Prozess. Der letztere Prozess erforderte nur 2 Aufseher zu 4,25 Mk. pro Schicht, also pro Woche 14 mal 4,25 = Mk. 59,50 und wurde ausschließlich für Chlorat benutzt.

am Weldon-Prozess. Der Weldon-Prozess für Chlorkalk und Chlorat kostete folgende Löhne pro Woche:

4 Chlorentwicklerleute à 4,25 Mk. pro Schicht	
28 mal 4,25 Mk.	= Mk. 119,00
1 Schlammbläser 2,50 Mk. pro Beschiekung	
16 pro Woche	= „ 40,00
1 Kalkmilchbereiter 1,50 Mk. pro Beschiekung,	
16 pro Woche	= „ 24,00
2 Schlammhantierer 3,75 Mk. pro Schicht,	
14 mal 3,75	= „ 52,50
2 Dampfkesselheizer 5 Mk. pro Schicht, 28 mal 5 =	„ 140,00
1 Neutralisierer 3,25 Mk. pro Schicht, 7 mal 3,25 =	„ 22,75
Kosten der Weldon-Gasbereitung pro Woche =	Mk. 398,25.

Dieser Kostenbetrag von rund 400 Mk. mußte nun proportional den produzierten Mengen von Chlorkalk und chlorsaurem Kali verteilt werden, indem man dem Chlorverbrauch entsprechend 1 Ton Chlorat = 7,33 Tons Chlorkalk setzte.

Verteilung der Produktion auf die beiden Prozesse. Während der 4 Vierteljahre in folgender Tabelle arbeitete man 1879 ohne, und 1880 mit dem Hurter-Deacon'schen Prozess:

Quartale	1879		1880	
	II	III.	II.	III.
	Tons	Tons	Tons	Tons
Produktion an Chlorkalk	443,75	442,55	458,45	423,80
Produktion an Kaliumchlorat . . .	36,55	45,85	31,35	40,30
Darin mit Hurter-Deacon - Pro- zefs fabriziert	0	0	19,50	19,50
Blieb Chlorat als durch Weldon- Gas fabriziert	36,55	45,85	11,85	20,80
Dies entsprach 7,33 mal so viel Chlor- kalk	267,91	336,08	86,86	152,46
Gesamtproduktion in Form von Chlorkalk	711,66	778,63	545,31	576,26
	Mk.	Mk.	Mk.	Mk.
Also kamen von 400 Mk. Kosten des Weldon-Gases auf den An- teil des Chlorats	150	173	64	106
Wochenlohn für Weldon - Chlorat selbst, rund	270	274	102	140
Totalkosten für Weldon - Chlorat pro Woche	420	447	166	246

Oder, der Gesamtbetrag an Löhnen für die Fabrikation von Chlorat mit dem Weldon-Prozefs betrug pro Woche im Durchschnitt: 320 Mk.

Da man während dieser selben vier Vierteljahre im Durchschnitt pro Woche 2,212 Tons Chlorat mit dem Weldon-Prozefs machte (und Mutterlaugen - Chlorentwickler), so beliefen sich die Arbeitslöhne pro 1000 kg Weldon-Chlorat auf rund 142 Mark.

Mit dem Hurter-Deacon'schen Prozefs sättigte man im Durchschnitt 7 Oktavons pro Woche, was einer Produktion von 1½ Tons Chlorat entsprach, oder 19,5 Tons pro Vierteljahr, welche Zahl in die letzte Tabelle eingesetzt wurde. Also hatte man während der

Am Hurter-
Deacon-
Prozefs.

Vierteljahre in 1880:	II.	III.
	Mk.	Mk.
Wochenlohn am Hurter-Deacon-Prozess . . .	59,50	59,50
Kosten f. Hurter-Deacon-Chlorat selbst, rund	168,00	131,00
Total-Kosten für Hurter-Deacon-Chlorat pro Woche	227,50	190,50

Oder, der Gesamtbetrag an Löhnen für die Fabrikation von Chlorat mit dem Hurter-Deacon-Prozess betrug pro Woche im Durchschnitt rund 209 Mark.

Da man während dieser beiden Vierteljahre pro Woche im Durchschnitt 1½ Tons Chlorat mit dem Hurter-Deacon-Prozess fabrizierte, so kamen auf je 1000 kg rund 137 Mark.

Es stellte sich also eine Ersparnis an Arbeitslöhnen zu Gunsten des Hurter-Deacon'schen Prozesses heraus von nur 5 Mark

pro 1000 kg fabrizierten Kaliumchlorats.

Löhne berechnet und gezahlt.

Um zu sehen, wie diese Berechnung mit den wirklich gezahlten Löhnen übereinstimmte, sollen für 1880 die auf je 1000 kg Chlorat entfallenden Löhne nach den Anteilen des Weldon- und Hurter-Deacon-Prozesses geteilt werden. Im II. Quartal 1880 machte man von je 1000 kg Chlorat:

380 kg mit Weldon- und Mutterlauge zu 142 Mk.
 pro 1000 kg = 54 Mk.
 620 kg mit Hurter-Deacon zu 137 Mk. pro 1000 kg = 85 „
 1000 kg Chlorat für = 139 Mk.

Im III. Quartal 1880 machte man
 516 kg mit Weldon- und Mutterlauge = 73 Mk.
 484 kg mit Hurter-Deacon = 66 „
 1000 kg Chlorat für = 140 Mk.

Daraus ergab sich folgende Übersicht der Arbeitslöhne pro 1000 kg Chlorat:

Quartale	1879		1880	
	II.	III.	II.	III.
	Mk.	Mk.	Mk.	Mk.
Berechnet	142	142	139	140
Wirklich gezahlt	143,50	122,15	147	149

Die Abweichungen erklärten sich durch die Schwankungen der absoluten Produktionsmengen, denn da die Arbeitslöhne wesentlich dieselben blieben, so fielen sie pro 1000 kg um so niedriger aus, je mehr man produzierte.

Um auch die Nebenkosten kennen zu lernen für Handwerker, Reparaturen, Ersatzstücke und für Verpackung, sollen 2 Wochen herausgegriffen werden:

Nebenkosten.

Während der Woche, welche mit dem 3. November 1880 endigte, wurden an Oktagons gesättigt:

- 7 Weldon-, 9 Hurter-Deacon-, 4 Mutterlaugen-
- Anzahl der Einkochungen = 10
- Gesamt-Chlorkalium . . = 4216 kg
- Rohkrystalle erhalten . = 5004 „
- Kaliumchlorat verpackt . = 4623 „

Folgende Beträge wurden gezahlt:	Im ganzen	Pro 1000 kg Chlorat
	Mk.	Mk.
Arbeitslöhne für den Prozeß	424,10	91,80
Handwerker für Reparaturen	250,50	54,20
Für Verpackung	28,00	6,00
Im ganzen	702,60	152,00

Während der Woche, welche mit dem 8. Dezember 1880 endigte, wurden an Oktagons gesättigt:

- 9 Weldon-, 9 Hurter-Deacon-, 3 Mutterlaugen-
- Anzahl der Einkochungen = 10
- Gesamt-Chlorkalium . . = 4204 kg, darin verbraucht:
- 1968,5 kg für Weldon-Oktagons
- 1535,0 kg für Hurter-Deacon-Oktagons
- 700,5 kg für Mutterlaugen-Oktagons
- Rohkrystalle erhalten . . = 4978 kg
- Salzsäure verbraucht: 62490 Liter 30^o Tw. für Weldon
- 10520 „ „ „ Mutterlauge
- Kaliumchlorat gepackt . = 3658 kg.

Folgende Beträge wurden gezahlt:	Im ganzen	Pro 1000 kg Chlorat
	Mk.	Mk.
Arbeitslöhne für den Prozeß	397,55	108,68
Handwerker für Reparaturen	143,50	39,23
Für Verpackung	53,15	14,53
Im ganzen	594,20	162,44

Man konnte hiernach annehmen, daß man für je 100 Mk. Arbeitslöhne, die man für das fertige Chlorat zahlen mußte, noch ungefähr 50 Mk. Nebenausgaben hatte für Handwerker, Reparaturen, Ersatzstücke und für die Verpackung.

Gestehungskosten.

Gestehungs-
kosten.

Um die Gestehungskosten des Kaliumchlorats zu berechnen, soll staffelweise verfahren werden. Denn da die Verarbeitung der Chloratrohlaug bis zum fertigen Handelsartikel dieselben Kosten verursachte, gleichgiltig, nach welchem Verfahren dieselbe dargestellt worden war, so lag der Unterschied in den Gestehungskosten bei verschiedenen Verfahrungsweisen nur in den Darstellungskosten des Chlorgases.

Unter Vernachlässigung des Preises der Salzsäure konnte man die Kosten der Darstellung des Chlors mit Hilfe des Weldon-Prozesses auf folgende Weise berechnen:

Während der sechs Monate vom 1. Oktober 1880 bis zum 1. April 1881 wurden pro 1 Ton Chlorkalk (1016 kg) an Rohmaterialien verbraucht:

Roh-
materialien.

	$\frac{3}{4}$ Cwts Manganerz,
14	„ Kalk,
7	„ Kalksteinmehl,
25	„ Kohle.

Rechnete man nun 7,33 Tons Chlorkalk = 1 Ton Chlorat, so ergab sich, daß man pro 1 Ton Chlorat folgende Mengen verbraucht hatte:

279 kg Manganerz . . .	à 100 Mk. pro Ton =	27,50 Mk.
5213 „ Kalk	à 11,75 „ „ „ =	60,28 „
2607 „ Kalksteinmehl . . .	à 7,50 „ „ „ =	19,25 „
9309 „ Kohle	à 4,00 „ „ „ =	36,65 „

Im ganzen . . . = 143,68 Mk.

Arbeits-
löhne.

Die Arbeitslöhne für Erzeugung des Chlorgases, soweit dasselbe zur Fabrikation von Chlorat verbraucht wurde, betragen während dieser 6 Monate pro Ton Chlorat

56 Mark.

Angenähert konnte man diese Zahl auch auf folgende Weise berechnen:

Während der beiden Quartale hatte man folgende Ergebnisse:

Quartale:	IV. 1880	I. 1881
Chlorkalk produziert, ca.	450,0 t	426,00 t
Kaliumchlorat produziert	51,6 -	48,45 -
Davon $\frac{1}{6}$ durch Mutterlaugen-Chlorentwickl.	8,6 -	8,07 -
Also durch Weldon- u. Hurter-Deacon	43,0 -	40,38 -
Mit Hurter-Deacon allein	19,0 -	17,00 -
Mit Weldon allein	24,0 -	23,38 -
Entsprechend 7,33 mal so viel Chlorkalk .	176,0 -	171,00 -
Total-Produktion als Chlorkalk	626,0 -	597,00 -
Von den Gesamtlöhnen am Weldon-Prozess 398,25 Mk. kamen auf Chlorat (pro Woche)	112 Mk.	115 Mk.
Chloratproduktion pro Woche	1,84 t	1,8 t
Arbeitslöhne am Weldon-Prozess, um das Chlor zur Produktion von 1 Ton Chlorat zu erzeugen	61 Mk.	63 Mk.

Während der vorhergehenden Quartale hatte man, ohne auf den Mutterlaugen-Chlorentwickler Rücksicht zu nehmen, gemäß der Tabelle auf Seite 153 folgende Ergebnisse:

Quartale:	II. 1879	III. 1879	II. 1880	III. 1880
Chloratproduktion durch Weldon allein	36,55 t	45,85 t	11,85 t	20,80 t
Von den Gesamtwochenlöhnen am Weldon-Prozess kamen auf diese Chloratmengen .	150 Mk.	173 Mk.	64 Mk.	106 Mk.
Chloratproduktion pro Woche	2,81 t	3,53 t	0,91 t	1,60 t
Arbeitslöhne am Weldon-Prozess pro Woche, um das zur Produktion von 1 Ton Chlorat erforderliche Chlor zu erzeugen	53,88 Mk.	49,01 Mk.	70,33 Mk.	66,25 Mk.

Während dieser letzten vier Vierteljahre wurden im Durchschnitt pro Woche 2,212 Tons Chlorat mit Weldon-Gas produziert, und die Arbeitslöhne beliefen sich im Durchschnitt auf 123,25 Mk. pro Woche; also pro 1 Ton Chlorat auf 55 Mark.

Wenn man während der nächsten beiden Quartale, nämlich dem IV. 1880 und dem I. 1881 für die Darstellung des zur Fa-

brikation von 1 Ton Chlorat erforderlichen Chlorgases mit dem Weldon-Prozess statt der berechneten 61 und 63 Mk. nur 56 Mk. an Arbeitslöhnen zahlte, so waren darin die Löhne für Handwerker, die Ausgaben für Reparaturen und Ersatzstücke nicht miteinbegriffen.

Kosten der Chlorat-
rohlauge
mit Weldon. Die Ausgaben für 1 Ton Chlorat bis zur Herstellung der Chloratrohlauge beliefen sich also beim Weldon-Prozess auf:

an Rohmaterial = 143,68 Mk.
an Arbeitslohn = 56,00 „

im ganzen = 199,68 Mk.

Rohmaterialien. Beim Hurter-Deacon-Prozess wurden während derselben beiden Vierteljahre folgende Rohmaterialien verbraucht:

Quartale:	IV. 1880	I. 1881	IV. 1880	I. 1881
Ziegelsteine	16000 à 24 Mk. pro 1000	5000 à 18 Mk., 6000 à 24 Mk. pro 1000	384,00 Mk.	234,00 Mk.
Kupferpräcipitat . .	737 kg	438 kg	629,75 „	412,00 „
Kupferhammerschlag	—	64 „	—	76,25 „
Kohle	106 t à 4 Mk. pro Ton	121,85 t à 4,25 Mk. pro Ton	424,00 „	517,86 „
Rohmaterialien			1437,75 Mk.	1240,71 Mk.

Quartale:	IV. 1880	I. 1881
Die Rohmaterialien kosteten im ganzen	1437,75 Mk.	1240,71 Mk.
Arbeitslöhne für Herstellung des zersetzenden Materials	521,25 „	453,40 „
Totalkosten des zersetzenden Materials	1959,00 Mk.	1694,11 Mk.
Chlorat produziert	19 t	17 t
Kosten pro 1 Ton Chlorat	103,10 Mk.	99,65 Mk.
Ersparnis gegenüber Weldon 143,68 Mk.	40,58 „	44,03 „
Arbeitslöhne. Arbeitslöhne an 2 Aufseher beim Hurter-Deacon-Prozess	773,50 Mk.	773,50 Mk.
Arbeitslöhne für Erzeugung des zu 1 Ton Chlorat nötigen Hurter-Deacon-Gases	40,71 „	45,50 „
Ersparnis gegenüber Weldon 56 Mk. .	15,29 „	10,50 „

Man erhielt also folgendes Resultat:

Ersparnisse.

Ersparnis an Material pro 1 Ton Chlorat	40,58 Mk.	44,03 Mk.
Ersparnis an Arbeitslöhnen pro 1 Ton Chlorat	15,20 „	10,50 „
Gesamt - Ersparnis durch den Hurter-Deacon-Prozess gegenüber dem Weldon-Prozess pro 1 Ton Chlorat	55,87 „	54,53 „

Wenn man aus diesen Zahlen die Mittel zog, so ergab sich folgender Vergleich:

Die Erzeugung der zur Fabrikation von 1 Ton Kaliumchlorat erforderlichen Chlormenge bis zur Herstellung der Chloratrolauge, aber diese selbst noch nicht eingeschlossen — ohne Rücksicht auf Salzsäureverbrauch und die Auslagen für Handwerker, Reparaturen und Ersatzstücke — kostete:

Vergleich zwischen Weldon- und Hurter-Deacon.

1880—1881	Mit Weldon-Prozess	Mit Hurter-Deacon-Prozess	Ersparnis zu Gunsten des Hurter-Deacon-Prozesses
An Material	143,68 Mk.	101,98 Mk.	42,30 Mk.
An Arbeitslöhnen	56,00 „	43,11 „	12,89 „
Im ganzen	199,68 Mk.	144,49 Mk.	55,19 Mk.

Diese verhältnismäßig geringe Ersparnis wurde aber noch bedeutend dadurch vergrößert, daß der Hurter-Deacon-Prozess bloß etwa $\frac{1}{3}$ derjenigen Salzsäuremenge beanspruchte, welche der Weldon-Prozess verbrauchte, um dieselbe Menge Chlor zu liefern.

Die Salzsäure einer Sulfatanlage ergab mit dem Weldon-Prozess 10 Oktagonen pro Woche. Von einer anderen Sulfatanlage, welche dieselbe Menge Salz zersetzte, und von welcher bloß das Pfannengas zum Hurter-Deacon-Prozess einging, erhielt man 9 Oktagonen pro Woche und nebenher noch 55 % der ganzen Salzsäuremenge als solche und für den Weldon-Prozess verwendbar. Man konnte also mit dieser Salzsäure im Weldon-Prozess noch etwa 5 Oktagonen sättigen, so daß diese Sulfatanlage im ganzen 14 Oktagonen geliefert hätte statt der 10 mit Weldon allein.

Zu diesen Kosten des Chlorgases kamen nun die Kosten der eigentlichen Chloratfabrikation.

Durchschnittsverbrauch an Rohmaterial. Statt der in diesen zwei Vierteljahren thatsächlich verbrauchten Mengen von Rohmaterialien sollen der größeren Allgemeinheit zu Liebe folgende Mengen angesetzt werden:

Man verbrauchte pro 1 Ton Chlorat:

2,75 Tons Kalk à 11,75 Mk. pro Ton	=	32,31 Mk.
0,90 „ Chlorkalium à 210 Mk. pro Ton	=	189,00 „
17,00 „ Kohle à 4 Mk. pro Ton	=	68,00 „
<hr/>		
Kosten an Rohmaterial	=	289,31 Mk.

Arbeitslöhne. Die Arbeitslöhne beliefen sich pro Woche auf 269,50 Mk., und während des Winterhalbjahres 1880/81 mit den Gratifikationen zusammen auf folgende Beträge:

Während der Vierteljahre	IV. 1880	I. 1881
Durchschnittliche Produktion von Chlorat pro Woche	3,97 t	3,73 t
Wochenlöhne	269,50 Mk.	269,50 Mk.
Gratifikationen	8,00 „	6,00 „
Gesamtlöhne pro Woche	277,50 „	275,50 „
Löhne pro 1 Ton Chlorat	70,00 „	73,90 „
Handwerker, Reparaturen, Ersatzstücke u. Verpackung, angenommen zu 50 % der Löhne	35,00 „	36,95 „
<hr/>		
Gesamtausgaben pro 1 Ton Chlorat	105,00 „	110,85 „

Kosten des eigentlichen Chloratprozesses. Oder im Durchschnitt des Halbjahres 107,90 Mk. Die Kosten für Bereitung und Verarbeitung der Chloratrohlauge beliefen sich also pro 1 Ton Chlorat auf:

An Rohmaterial	=	289,31 Mk.
an Löhnen und Verpackung	=	107,90 „
<hr/>		
Im ganzen	=	397,21 Mk.

Gesamtkosten in England. Rechnete man bei der Chlorerzeugung für Reparaturen und Ersatzstücke ebenfalls 50 % der Arbeitslöhne, so erhielt man folgende Übersicht der Gestehungskosten von 1 Ton Chlorat in England:

Gestehungskosten mit:		Weldon	Hurter-Deacon
Erzeugung des Chlors	An Rohmaterial	143,68 Mk.	101,38 Mk.
	An Löhnen	56,00 „	43,11 „
	An Zuschlag von 50 %	28,00 „	21,55 „
	Im ganzen	227,68 Mk.	166,04 Mk.
Verarbeitung der Chlorat-rohlinge	An Rohmaterial	289,31 Mk.	289,31 Mk.
	An Löhnen	71,95 „	71,95 „
	An Zuschlag von 50 %	35,95 „	35,95 „
	Im ganzen	397,21 Mk.	397,21 Mk.
Gestehungskosten von 1 Ton Chlorat . .		624,89 Mk.	563,25 Mk.

Hierzu kamen noch kleine Ausgaben für Wasser, Beleuchtung und Amortisation des Anlagekapitals.

In dieser Berechnung der Gestehungskosten des Chlorats ist die Salzsäure vollständig vernachlässigt worden. Anfangs der siebziger Jahre, als die Soda noch hoch im Preise stand, rechnete man in England den Wert der Salzsäure zu null. Viele Fabriken ließen dieselbe einfach fortlaufen und kondensierten sie überhaupt bloß, weil die englische Alkaliakte es vorschrieb. Um aber trotzdem zu einem Wertansatz zu gelangen, konnte man folgenderweise verfahren: Fabrizierte man mit der Salzsäure Chlorkalk, so erzielte man einen gewissen Gewinn, der um so größer ausfiel, je geringer man den Wert der verbrauchten Salzsäure rechnete. Man konnte daher den Gewinn an Chlorkalk ganz oder nur zu einem aliquoten Teil, als Preis für die verbrauchte Salzsäure auffassen, und denselben mit dem Marktpreise des Chlorkalks variieren lassen. Mit demselben Preise, dessen Feststellung dem Belieben jedes Fabrikanten überlassen blieb, konnte er dann auch die Chloratfabrikation belasten. Damit kam aber ein Element der Unsicherheit in die Berechnung der Gestehungskosten des Chlorats, welches nur in denjenigen Ländern vermieden wurde, in denen die Salzsäure einen anerkannten Marktpreis besaß*).

Berücksichtigung der Salzsäure.

Für Deutschland würden sich die Fabrikationskosten des chlorsauren Kalis folgenderweise berechnen:

Gestehungskosten in Deutschland mit Weldon.

*) Bis zum Jahre 1887 war der Preis für 100 kg Salzsäure in Deutschland auf 1,80 Mk. gestiegen.

Jurisch, chlorsaur. Kali.

Eine Chloratfabrik in Mannheim würde 1882 pro 100 kg Kaliumchlorat folgende Quantitäten verbraucht haben:

A. Für Chlorerzeugung mit Weldon-Prozess und Mutterlaugen-Chlorentwickler:

3000 kg Salzsäure 20° Bé (32° Tw.) à 1 Mk. *)	pro 100 kg = 30,00 Mk.
25 " Braunstein 70 % à 12 Mk.	pro 100 kg = 3,00 "
520 " gebrannten Kalk 95 % à 1,50 Mk.	pro 100 kg = 7,80 "
260 " Kalksteinpulver à 0,75 Mk.	pro 100 kg = 1,95 "
750 " Kesselkohlen à 1,20 Mk.	pro 100 kg = 9,00 "

Materialien = 51,75 Mk.

Arbeitslöhne angenommen zu = 5,00 "

Aufschlag von 50 % = 2,50 "

Kosten der Chlorbereitung = 59,25 Mk.

B. Für Bereitung und Verarbeitung der Chloratrohlauge:

260 kg gebrannten Kalk à 1,50 Mk	pro 100 kg = 3,90 Mk.
90 " Chlorkalium 90—94 % à 21,15 Mk.	pro 100 kg = 19,03 "
1600 " {	1000 kg Kesselkohlen à 1,20 Mk. pro 100 kg = 12,00 "
	600 kg Brennkohlen à 1,15 Mk. pro 100 kg = 6,90 "

Materialien = 41,83 Mk.

Arbeitslöhne angenommen zu = 6,00 "

Aufschlag von 50 % = 3,00 "

Kosten der Fabrikation = 50,83 Mk.

Gestehungskosten von 100 kg Chlorat = 110,08 Mk.

Da nun aber englisches Kaliumchlorat zu 98 bis 100 Mk. pro 100 kg loco Mannheim angeboten wurde, so lohnte sich diese Fabrikation in Mannheim nicht.

Die Arbeitslöhne würden sich für eine Chloratfabrik in Mannheim, welche wöchentlich 2000 bis 3000 kg Kalium erzeugt, für 1881 folgenderweise berechnen:

A. Im Chloratrohlaughause: 14 Schichten pro Woche.

An 1 Aufseher	= 35,00 Mk.
1 leitenden Vorarbeiter bei Tage à 2,10 Mk.	= 14,70 "
1 " " bei Nacht "	= 14,70 "
1 Gehilfen bei Tage à 2,00 Mk.	= 14,00 "
1 " bei Nacht "	= 14,00 "

*) Siehe Anm. auf voriger Seite.

B. Im Krystallhause: 7 Schichten pro Woche.

An 1 leitenden Vorarbeiter à 2,10 Mk. und Prämie	=	16,00 Mk.
1 Gehilfen à 2,00 Mk. und Prämie	=	15,00 „
1 Knaben, nur 6 Schichten à 1,20 Mk.	=	7,20 „
Arbeitslöhne pro Woche = 130,60 Mk.		
Bei einer Produktion von 2000 kg	=	6,53 Mk. pro 100 kg
„ „ „ „ 3000 kg	=	4,35 „ „

Ganz anders würde sich die Fabrikation mit Hilfe des Hurter-Deacon'schen Prozesses gestalten:

Pro 100 kg Kaliumchlorat würde man nach Seite 141

1273 kg Salzsäure von 30° Tw. verbrauchen, und

3355 kg Salzsäure von 30° Tw. nebenher gewinnen.

Diese Zahlen waren aber keineswegs unveränderlich. Eine Sulfatanlage lieferte in der Woche ca. 50 Tons Sulfat, dies würde einer Säureproduktion entsprechen von 83650 kg Salzsäure von 30° Tw. Nahm man hiervon 27 1/2 % als mit dem Hurter-Deacon-Prozess in Chlor übergeführt an, so blieben 60 646 kg Salzsäure zu anderweitiger Verwendung übrig. Man produzierte pro Woche 1 1/2 bis 2 Tons Chlorat mit dem Hurter-Deacon-Prozess, also belief sich die pro 1 Ton Chlorat verbrauchte und die nebenbei gewonnene Salzsäure:

Gestehungs-
kosten in
Deutschland
mit Hurter-
Deacon.

Wenn die Wochenproduktion betrug:	1 1/2 Tons	2 Tons
Salzsäure 30° Tw. verbraucht	15 333 kg	11 502 kg
Salzsäure 30° Tw. nebenbei gewonnen .	40 430 „	30 323 „

Dies würden so ungefähr die Grenzen sein, zwischen denen sich diese Zahlen bewegten.

Zur Berechnung der Erzeugungskosten des Chlorgases konnte man entweder die Angaben von James Muspratt & Sons von 1880 und 1881, Seite 158, benutzen, oder ältere, erheblich günstigere von Gaskell, Deacon & Co. vom Jahre 1877*). Die letzteren wurden nach den Zahlen für 1 Ton Chlorkalk durch Multiplikation mit 7,33 berechnet. Beide Angaben sollen hier zum Vergleich nebeneinandergestellt werden:

*) Anm. Die Veröffentlichung dieser Zahlen geschieht zwar mit gütiger Erlaubnis der Firma, vom 25. September 1887, jedoch ohne die Verantwortlichkeit derselben dafür in Anspruch zu nehmen, da eine specielle Vergleichung derselben mit den Büchern der Firma nicht stattgefunden hat.

Pro 1 Ton Kaliumchlorat wurden mit Hurter-Deacon-Prozess verbraucht:

In Deutschland 1881	Gaskell, Deacon & Co. 1877	James Muspratt & Sons 1880 u. 1881.
		750 Ziegel à 24 Mk. pro 1000. . . . = 18,00 Mk.
		35,0 kg Kupferpräcipitat à 87,26 Mk. pro 100 kg . . . = 31,06 "
		Herstellung des zersetzenden Materials = 27,08 "
	Zersetzendes Material . = 21,99 Mk.	Zersetzendes Material = 76,14 Mk.
	Heizkohlen = 12,83 "	6,33 t Kohlen à 4 Mk. pro Ton *) . . . = 25,32 "
	Dampf für den Exhaustor = 7,03 "	
	Wasser. . = 3,97 "	
	Arbeitslöhne am Prozess = 20,89 "	Arbeitslöhne am Prozess = 43,11 "
	Zuschlag von 50 % = 10,44 "	Zuschlag von 50 % = 21,56 "
	Im ganzen = 76,87 Mk.	Im ganzen = 166,13 Mk.
12730 kg Salzsäure à 1 Mk. pro 100 kg: = 127,30 " = 127,30 "
Kosten der Chlorerzeugung = 204,17 Mk. = 293,43 Mk.
Kosten der Chloratfabrikation = 508,30 " = 508,30 "
Gesamtkosten = 712,47 Mk. = 801,73 Mk.
Davon ging ab 33550 kg Salzsäure à 1 Mk. pro 100 kg = 335,50 " = 335,50 "
Gestehungskosten = 376,97 Mk. = 466,23 Mk.

Die Fabrikation von Kaliumchlorat mit dem Hurter-Deacon-Prozess käme also in Deutschland pro 100 kg auf

37 bis 47 Mark

zu stehen, und daher wäre diese Fabrikationsweise für Deutschland sehr wohl lohnend.

*) Sollte höchstens 3,7 Tons sein à 4 Mk. pro Ton = 14,80 Mk.

Übersicht:

Vergleichung
der Gestehungs-
kosten.

Die Gestehungskosten von 100 kg Kaliumchlorat betragen:

Land	Mit Weldon-Prozefs	Mit Hurter-Deacon-Prozefs:
England	62,50 Mk.	56,30 Mk.
Deutschland	110,00 „	ca. 42,00 „

Es war also ersichtlich, daß bei einem Verkaufspreise von 98 bis 100 Mk. pro 100 kg die Fabrikation von Kaliumchlorat in Deutschland mit dem Weldon-Prozefs ökonomisch unmöglich war, daß sie aber mit dem Hurter-Deacon-Prozefs erheblichen Reingewinn abzuwerfen vermochte.

Es bleibt jetzt noch übrig, den Marktpreis x von 100 kg Salzsäure zu berechnen, bei welchem es vorteilhafter sein würde, die Salzsäure als solche zu verkaufen, statt dieselbe zur Fabrikation von chlorsaurem Kali zu verwenden.

Marktpreis
der Salz-
säure.

Zur Fabrikation von 100 kg Kaliumchlorat mit dem Hurter-Deacon-Prozefs würde man nach Seite 141 und der Tabelle auf Seite 164 verbrauchen:

1273 kg Salzsäure à x Mk pro 100 kg	= 12,73 x Mk.
Ausgaben für Rohmaterial, Arbeitslöhne etc.	= 67,44 „ *)
Gesamtauslagen für 100 kg Chlorat	= 67,44 + 12,73 x Mk.
Nebenbei gewonnen und daher abzuziehen:	
3355 kg Salzsäure à x Mk. pro 100 kg	= 33,55 x Mk.
Selbstkosten von 100 kg Chlorat	= 67,44 - 20,82 x Mk.

Diese Selbstkosten würden zu Null werden bei einem Marktpreise der Salzsäure von

$$x = 3,24 \text{ Mark.}$$

Bei einem Verkaufspreise des chlorsauren Kalis von 110 Mk. pro 100 kg würde der Reingewinn betragen

$$(42,56 + 20,82 x) \text{ Mark.}$$

Die ganze Menge der in Betracht kommenden Salzsäure könnte folgende Werte liefern:

*) Nämlich 80,17 minus 12,73 Mk.

Entweder durch Verkauf der Salzsäure als solcher:	Oder durch Fabrikation von Chlorat:
1273 kg Salzsäure à x Mk. pro 100 kg = 12,73 x Mk.	100 kg Chlorat à 110 Mk. pro 100 kg = 110 Mk.
3355 kg Salzsäure à x Mk. pro 100 kg = 33,55 x Mk.	3355 kg Salzsäure à x Mk. pro 100 kg = 33,55 x Mk.
4628 kg Salzsäure = 46,28 x Mk.	Im ganzen = (110 + 33,55 x) Mk.

Setzte man nun $46,28 x = 110 + 33,55 x$, so würde sich ergeben, daß $x = 8,64$ Mk., das heißt: so lange der Preis von 100 kg Salzsäure niedriger bleibt als 8,64 Mk., ist die Fabrikation von Chlorat mit dem Hurter-Deacon-Prozess vorteilhafter, als die Salzsäure als solche zu verkaufen.

Fabrik-
einrichtung
in England
und
Deutsch-
land.

Eine Fabrikeinrichtung, um in der Woche 3000 kg Kaliumchlorat zu produzieren, müßte folgende Stücke enthalten:

In England für Benutzung von Weldon-Gas würden 6 Oktogons oder 3 Kühlmann-Absorber genügend sein. In Deutschland jedoch, für ausschließliche Benutzung für Hurter-Deacon-Gas, würde man zwei Hurter-Deacon'sche Apparate neuester Konstruktion und 8 Oktogons erfordern. Die Ersetzung der letzteren durch 4 Kühlmann'sche Absorptionsapparate dürfte hierbei weniger zu empfehlen sein.

Klärgefäße für die Chloratrolauge mit einem ungefähren Rauminhalt von 30 cbm.

Behälter für die zweiten Waschungen mit 15 cbm Gehalt, 3 Meßzylinder mit einem Gehalt von je 15 cbm.

Ein System von 3 Einkochpfannen mit 3 Vorwärmpannen für erste Einkochungen.

Ein System von 1 Eindampfpfanne für Mutterlauge mit Vorwärmer.

12 Krystallisiergefäße mit je 7 cbm Inhalt.

Mutterlaugenkühler mit zusammen 30 cbm Inhalt.

2 Kastendrainier für Rohkrystalle.

2 Kastendrainier für Mutterlaugenkrystalle.

Einen Dampfkessel, welcher in 24 Stunden 3000 bis 3500 kg Kohle konsumiert, um folgende Arbeiten zu verrichten:

1 Weldon-Entwickler zu treiben (15 mal pro Woche),
1 Mutterlaugen-Entwickler zu treiben (3 mal pro Woche),
die Rührwerke in den Oktagons oder Kuhlmann's Absorbern zu treiben,
die Körting'schen Exhaustoren der Kuhlmann-Apparate arbeiten zu lassen,
1 Chloratrohlangpumpe,
1 Mutterlaugenpumpe,
1 kleine Mutterlaugenpumpe für den Entwickler,
1 Kalkmilchpumpe für den Absorptionsturm,
1 Kalkmilchrührwerk,
1 Rohkrystallcentrifuge zu treiben,
direkten Dampf zum Aufrühren von Schlamm und Bodensätzen zu geben.

Ferner würde man im Krystallhause gebrauchen:

2 Auflöser,
24 Krystallisierkasten in Gruppen von je zweien,
2 Kastendrainer,
2 Trockenbetten,
1 Chloratmühle,
1 Chloratsieb,
1 Darre für gemahlene Chlorat,
1 Eindampfpfanne für Mutterlauge,
2 Mutterlaugenkühler von je 8 cbm Inhalt,
1 Kasten-Drainer für Mutterlaugenkrystalle.

Einen Dampfkessel, welcher in 24 Stunden 1500 kg Kohlen brennt, der jedoch nur bei Tage voll betrieben wird, also pro Woche nur etwa 7 Tons Kohlen verbraucht. Derselbe hat:

2 Dampfschlangen zum Auflösen der Rohkrystalle zu heizen,
2 Dampftrockenbetten zu heizen (resp. 3),
1 Laugenpumpe,
1 kleine Saugpumpe als Exhaustor der Drainer,
1 Maschine für die Mühle und das Sieb zu treiben.

Das mehrfach erwähnte, zur Bedienung einer derartigen Fabrik erforderliche Personal könnte auch für eine Wochenproduktion von nur 2000 kg Chlorat nicht mehr eingeschränkt werden, dagegen würde es ausreichen für eine erhöhte Wochenproduktion bis zu 4000 kg, ja bis zu 4500 kg.

Kapital. Das Anlage- und Betriebskapital, welches eine solche Fabrik erfordern würde, könnte man aus den gemachten Angaben durch Einsetzen der örtlichen Preise berechnen. Natürlich bliebe dabei dem Ingenieur noch Raum und Freiheit genug, um seine speciellen Ideen zur Geltung zu bringen.

Gegenwärtiger Zustand der Fabrikation. Die Fabrikation von chloresurem Kali mit Hülfe von Kalk, wie sie hier beschrieben worden ist, hat seit 1881 nach einer Mitteilung des Herrn Edmund K. Muspratt vom 16. Juli 1887 in chemischer Hinsicht keine Verbesserung mehr erfahren. Dieselbe dürfte namentlich für Deutschland noch für lange Jahre hinaus die einzig praktische bleiben.