

Methode. Als Flüssigkeit kann man die normale Chlorbaryumlösung anwenden, indem man 122,09 Grm. krystallisirtes Chlorbaryum zu einem Litre löst, und davon der Sodalösung so lange zusetzt, bis die alkalische Reaction verschwunden ist, was man durch rothes Lakmuspapier prüft. Man lässt nun sogleich nach Zusatz von Lakmus die Normalsalpetersäure und dann das Normalkali in bekannter Weise unter Kochen hinzu, bis die blaue Farbe wieder hergestellt ist. Zieht man von der angewendeten Menge Normalchlorbaryumlösung die verwendete Menge Salpetersäure nach Abzug des Normalkali ab, so entspricht der Rest der Schwefelsäure. Will man sie auf wasserleere Schwefelsäure berechnen, so dient dazu Nr. 36 der Tafeln; will man sie als trockenes schwefelsaures Natron, als welches sie vorhanden ist, berechnen, so ist 1 CC. Normalchlorbaryumlösung = 0,071 Grm. trockenen schwefelsauren Natrons.

Fünftes Kapitel.

Rohe Soda oder Schmelze.

Da die richtige Leitung des Schmelzprocesses im Sodaofen die wichtigste Arbeit des Sodafabrikanten ist, so hat er ein grosses Interesse, sich von der Güte des ersten Rohproductes zu überzeugen. Es müssen deshalb alle Schmelzen auf ihren Gehalt untersucht werden. Man pulverisirt die Schmelzen ganz fein und wägt davon eine entsprechende Menge ab, bringt sie in eine Litreflasche und füllt bis zur Marke mit kaltem destillirtem Wasser an. Die Flasche wird unter öfterem Umschütteln 8 bis 10 Stunden stehen und dann der Niederschlag absetzen gelassen. Aus der Litreflasche giesst man eine gemessene Menge der Lösung ab und titrirt ihren Alkaligehalt durch Normalschwefelsäure. Eine andere Menge der klaren Flüssigkeit giesst man in eine Messflasche ab, versetzt mit Essigsäure zu einem kleinen Ueberschusse, setzt Stärkelösung zu und bestimmt den Schwefelwasserstoffgehalt durch Zehent-Jodlösung. Man berechnet auf Einfach-Schwefelnatrium, $\text{NaS} = 39$, und es entspricht also 1 CC. Zehent-Jodlösung einem Gehalte von 0,0039 Grm. Schwefelnatrium. Gewöhnlich werden nur diese beiden Bestandtheile bestimmt. Das trockene kohlen-saure Natron beträgt in guten Schmelzen 33 bis 36 Proc. Da die unterschweflige Säure nur durch Oxydation von Schwefelnatrium entsteht, so ist bei dieser ersten Untersuchung davon wenig oder nichts vorhanden.

Wenn man 10,6 Grm. (nämlich zweimal 5,3 Grm.) Schmelzepulver abwägt, und aus der Litreflasche $\frac{1}{2}$ Litre zur Bestimmung des kohlen-sauren Natrons abgiesst, so ist darin der Gehalt von 5,3 Grm. Schmelze

enthalten und jeder Cubikcentimeter Normalsäure ist gleich 1 Proc. reinen kohlen-sauren Natrons.

Zieht man aber nur 250 CC. Lösung heraus, so ist darin der Gehalt von 2,65 Grm. Schmelze und jeder Cubikcentimeter Normalsäure stellt 2 Proc. kohlen-saures Natron vor. Dieselben Bedingungen kann man auch durch andere Mengen Pulver und andere Maassflaschen erreichen, ohne dass sich das Resultat ändert.

In einer gut geführten Sodafabrik sollen die Normalflüssigkeiten von dem Principal oder dem Chemiker des Etablissements selbst angefertigt und beim Gebrauche ganz dem Zutritt der gewöhnlichen Arbeiter entzogen sein. Die Normalschwefelsäure kann in grossen Ballons oder in cylindrischen Flaschen aufbewahrt werden, und direct durch einen Heber in die Ab- und Zuflussbürette gelangen. Die Bürette selbst ist oben durch eine in Kork sitzende dünne Glasröhre geschlossen, die mit einer Kautschukröhre mit dem Luftraume des Ballons im Zusammenhange steht. Der Ballon ist am besten in einem verschlossenen Schranke enthalten, wodurch er zugleich den Einwirkungen der Menschen und der Wärme entzogen ist. Die Röhren gehen durch passende Oeffnungen in dem Boden oder den Seiten des Schrankes. Die obere Mündung der Bürette ist in einer Weise mit dem Kautschukrohre verbunden, dass sie ohne sichtbare Verletzung nicht geöffnet werden kann.

In dieser Art kann sich der Chef des Geschäftes die Sicherheit verschaffen, dass bis zu seinem freiwilligen Zutreten in der Mischung der Maassflüssigkeiten nichts geändert werden kann. In jedem Falle ist diese Ueberzeugung sehr angenehm, und wer davon freiwillig absieht, muss sich die Folgen selbst beimessen.

Analyse der Sodarohlauge aus dem Klärselkessel vom 6. August 1858
der Fabrik Rhenania bei Aachen.

Die Rohlauge war mir von Hrn. Director Dr. Hasenclever übersandt worden.

- 1) Specifisches Gewicht bei 14° R. 1,252.
- 2) 10 CC. Rohlauge in einer Platinschale eingedampft und bis zum schwachen Glühen erhitzt, hinterliessen 3,11 Grm. 1 Litre enthält also 311 Grm. festen Rückstand.
- 3) Der eingedampfte Rückstand von 2) mit Normal-Salpetersäure gemessen erforderte 56,2 CC. In dieser Menge ist das Schwefelnatrium mit einbegriffen.
- 4) 10 CC. Rohlauge mit Essigsäure neutralisirt und mit Zehent-Jodlösung gemessen, erforderten davon 6,82 CC.
- 5) 10 CC. Rohlauge mit schwefelsaurem Zinkoxyd gefällt, das Filtrat mit Stärke und Zehent-Jodlösung gemessen, erforderten 2,44 CC. davon.

- 6) 10 CC. Rohlauge mit Essigsäure beinahe gesättigt, dann mit chromsaurem Kali und Zehent-Silberlösung gemessen, erforderten davon 11,4 CC.
- 7) 10 CC. Rohlauge mit Salzsäure gesättigt, dazu 13 CC. Normalchlorbaryumlösung, und dann das Ganze mit kohlen-saurem Ammoniak gefällt, filtrirt und ausgewaschen. Der kohlen-saure Baryt war gleich 12,6 CC. Normalsalpetersäure.

Aus diesen Daten, welche sämmtlich, bis auf die zur Controle dienende Bestimmung der Summe der Bestandtheile, durch maassanalytische Operationen enthalten, berechnet sich die Zusammensetzung der Rohlauge in der folgenden Art.

- Aus 5) 2 Atome wasserleeres unterschwefligsaures Natron wiegen 158 (s. Nachträge I, S. 383). 1 CC. Zehent-Jodlösung ist also = 0,0158 Grm. unterschwefligsaures Natron. Die in 5) gefundenen 2,44 CC. sind also = 0,0385 Grm. unterschwefligsaures Natron.
- Aus 4) Die 2,44 CC. Zehent-Jodlösung aus 5) von den in 4) gefundenen 6,82 CC. abgezogen, lassen 4,38 Jodlösung, als dem Schwefelnatrium entsprechend. Das Atomgewicht des Schwefelnatriums ist 39, also 1 CC. Zehent-Jodlösung = 0,0039 Grm. Schwefelnatrium. 4,38 CC. Jodlösung sind also = 0,017 Grm. Schwefelnatrium.
- Aus 1) Die 4,38 CC. Zehent-Jodlösung aus 4) sind 0,438 CC. Normal. Diese von 56,2 CC. aus 1) abgezogen, lassen 55,76 CC. Normalsalpetersäure als dem kohlen-sauren Natron entsprechend übrig. Diese mit 0,053 (Nr. 9 der Tafeln) multiplicirt, geben 2,955 Grm. kohlen-saures Natron.
- Aus 6) 11,4 CC. Zehent-Silberlösung sind gleich $0,00585 \times 11,4 = 0,0669$ Grm. Kochsalz.
- Aus 7) 13 weniger 12,6 lassen 0,4 CC. Normalchlorbaryumlösung als dem wasserleeren schwefelsauren Natron entsprechend. $0,4 \times 0,071$ geben 0,0284 Grm. schwefelsaures Natron.

Wir haben also gefunden:

Kohlen-saures Natron . . .	2,955	Grm.
Kochsalz	0,0669	„
Schwefelsaures Natron . .	0,0284	„
Unterschwefligsaures Natron	0,0385	„
Schwefelnatrium	0,017	„
	<hr/>	
	3,1058	Grm.

Die Eindampfung gab 3,11 Grm.

1 Litre enthält die 100fache Menge der obigen Zahlen. Berechnet man die Bestandtheile auf Procente der trockenen Salzmasse, so hat man:

Kohlensaures Natron	95,112 Proc.
Kochsalz	2,154 „
Schwefelsaures Natron	0,913 „
Unterschwefligsaures Natron	1,207 „
Schwefelnatrium	0,547 „

Man ersieht aus dieser Analyse, dass die obige Fabrik ausgezeichnet arbeitet, indem ihre erste Rohlauge schon mehr als 95 Proc. reines kohlen-saures Natron enthält, und die gewöhnlichen Verunreinigungen, Kochsalz und Glaubersalz, in sehr kleinen Mengen vorkommen. Die Rohlauge enthielt eine gewisse Menge Aetznatron, welches aber bei der ersten Eindampfung zur Trockne in kohlen-saures Natron übergegangen war.

Sechstes Kapitel.

G a s w a s s e r.

Das Gaswasser ist eine ammoniakalische stinkende Flüssigkeit von wenig Farbe. Sie enthält als wesentlichen Bestandtheil Ammoniak, worauf sich ihre Verwerthbarkeit gründet, sodann etwas Schwefelammonium und unterschwefligsaures Ammoniak.

Das Ammoniak ist nicht alle in freiem Zustande, sondern ein kleiner Theil ist im gebundenen vorhanden. Das freie Ammoniak bestimmt man alkalimetrisch durch Normal-Salpetersäure. Man pipettirt 100 CC. ab, bringt sie unter die Bürette und sättigt allmählig mit Normal-Salpetersäure. Die Reaction nimmt man durch Bestreichen von empfindlichem Lakmuspapier vor, zunächst mit rothem, bis dies nicht mehr gebläuet wird, dann mit rothem und blauem zugleich, bis beide keine Veränderung mehr erleiden.

Um alles Ammoniak zu finden, muss man sich der Silbermethode bedienen.

Man giebt 10 CC. Gaswasser in ein Porzellanschälchen, übersättigt mit reiner Salzsäure und dampft zur Trockenheit ab, entweder im Wasserbade oder Sandbade, oder in einem heissen Raume. Das trockne Salz kann man auf 120° C. erhitzen. Man löst in destillirtem Wasser, filtrirt in eine 100 oder 200 CC. Flasche, füllt bis zur Marke an, vermischt durch Schütteln und nimmt mit der Pipette einen beliebigen Theil heraus, den man mit chromsaurem Kali und Silber auf seinen Chlorgehalt prüft (II, S. 15).

Das Schwefelammonium bestimmt man durch Fällern mit einer alkalischen Zehent-Zinklösung, bis Nitroprussidnatriumpapier nicht mehr pfrsichblüthroth gefärbt wird.