

## Destillationsapparate, Dampfmaschinen und Dampfverbrauch der Ammoniaksoda-fabrikation.

Von  
H. P. Fassbender.

### 1. Beschreibung des Processes.

Die Herstellung der Soda nach dem Ammoniakverfahren wurde bekanntlich durch E. Solvay zu dem Range einer Grossindustrie erhoben. Das Verfahren beruht bekanntlich auf den nachstehend angeführten Umsetzungen.

Durch eine, freies Ammoniak enthaltende, Soole werden Kalkofengase geblasen. Das in der Soole gelöste Ammoniak verbindet sich mit der Kohlensäure der Kalkofengase zu Ammoniumcarbonat, welches sich bei weiterem Durchleiten der Kalkofengase in Ammoniumbicarbonat verwandelt; dasselbe setzt sich mit dem Natriumchlorid zu dem schwerlöslichen (bez. in Soole nahezu unlöslichen) Natriumbicarbonat und Ammoniumchlorid um, welch letzteres in der Lauge gelöst bleibt.

Durch Trennung der Mutterlauge von dem ausgefallenen Natriumbicarbonat und Calcinirung desselben wird Soda erhalten.

Durch Destillation der Mutterlauge unter Anwendung des aus dem Kalkofen stammenden gebrannten Kalkes wird das Ammoniak gasförmig gewonnen und dient sofort wieder zur Bereitung ammoniakhaltender Soole, welche wieder in der Fällung mit Kalkofengasen behandelt wird.

Um die angeführten Umsetzungen zu erzielen, können die mannigfältigsten Wege eingeschlagen werden, z. B. kann man zur Darstellung der ammoniakalischen Soole möglichst trockenes Ammoniakgas in nahezu gesättigte Soole leiten und die Lauge direct mit Kalkofengasen behandeln, oder feuchtes Ammoniakgas in Soole leiten und die erhaltene salzschwache Lauge über Steinsalz laufen lassen, ehe man sie der Fällung übergibt, oder sehr feuchtes Ammoniakgas abkühlen und das Condensat, eine mehr oder weniger starke Ammoniakflüssigkeit, in ein mit Salz gefülltes Gefäß leiten u. s. w.

Zur Darstellung des Ammoniakgases kann man den Destillirapparat mit frischem Kesseldampf betreiben oder den Abdampf der Maschinen verwenden, in jedem dieser Fälle kann man entweder in sämmtlichen Destillationsapparaten einen höheren Druck wie den der Atmosphäre zulassen, oder in einigen derselben den Druck soweit vermindern, dass er unter den der Atmosphäre sinkt. Solcher Verschiedenheiten lassen sich beim

Fällprocess, bei der Trennung des Bicarbonates von der Mutterlauge und bei der Calcination ebenfalls eine ganze Reihe angeben. Für bestimmte Bau- und Fabrikationsverhältnisse hat die eine Arbeitsmethode gewisse Vortheile vor der anderen, freilich gibt es auch Einrichtungen, die überall nur ungünstige Betriebsresultate geben können.

Verfolgt man den Lauf des Ammoniaks in quantitativer Hinsicht durch einen ganzen Turnus, wie er durch vielfache Analysen der Laugen in den verschiedenen Betriebsstationen ermittelt wurde, so lassen sich in den von uns gewählten Apparaten folgende Ergebnisse sicher einhalten.

Die Soole wird mit einem Gehalt von 70 k titrirtbarem Ammoniak im cbm in dem Ammoniakabsorber angestellt. Diese Fällflüssigkeit gelangt in der zweitobersten Abtheilung der Fällcolonne zur Beschickung, und es wird für je 1 cbm Beschickung etwas mehr wie  $\frac{1}{6}$  cbm gereinigte frische Soole in der obersten Colonnenabtheilung vorgeschnitten, welche zum Waschen der Colonnen-gase vor ihrer Ausströmung aus dem Apparate dient. Erst in der dritten Abtheilung findet die Mischung des Inhaltes der beiden oberen statt und ist nun der weitere Gang des Processes ein solcher, wie wenn man Soole, welche 6 Proc. Ammoniak titrirt, verwendet hätte, wovon aber nur wenig Ammoniak von den Ausströmungsgasen mitgerissen wurde. Es ist deshalb im Nachfolgenden eine 6 Proc. Ammoniak titririende Soole, mit etwa 270 k Kochsalz im cbm, einer gewissen Quantität Kohlensäure und 0,5 k Ammoniak als Sulfat (herrührend vom Gypsgehalt des Steinsalzes) als Ausgangspunkt angenommen und alle Procentangaben darauf bezogen<sup>1)</sup>.

Nach dem Ausblasen dieser beschriebenen Fällflüssigkeit findet sich das Ammoniak wie folgt wieder vor:

1. Etwa 0,9 Proc. Ammoniak mit Kohlensäure verbunden in der Mutterlauge<sup>2)</sup>; die Be-

<sup>1)</sup> In dem Schema wird von der Erzeugung des gasförmigen Ammoniaks auf die fertige 6 Proc. Ammoniak titririende Soole unmittelbar übergegangen. Die Bereitung dieser Soole nach Salz- und Ammoniakgehalt für 10 t tägliche Sodaproduction wird in einer besonderen Rechnung behandelt. Alle Procentangaben verstehen sich als Volumprocente.

<sup>2)</sup> Da sich alle Procentangaben auf die 6 Proc. Ammoniak haltende Soole, von welcher ausgegangen wurde, beziehen, so mussten die Ergebnisse der Laugenuntersuchungen nach den Laugenquantiäten entsprechend umgerechnet werden, hier z. B. gibt der durch die Analyse ermittelte Procentgehalt an Ammoniak, multipliziert mit der täglichen Mutterlaugenmenge und dividiert durch das Tagesquantum der 6 Proc. Ammoniak enthaltenden Soole, die Zahl 0,9 Proc.

stimmung desselben geschah durch Titrirung der abfiltrirten Mutterlauge, wobei also etwa gelöstes Natriumbicarbonat als Ammoniak mittitirte.

2. Etwa 4,6 Proc. Ammoniak in Form von Chlorammonium in der Mutterlauge; die Ermittlung geschah durch Untersuchung der abfiltrirten Mutterlauge im Ammoniakbestimmungsapparat unter Subtraction des den Kreislauf in unverändertem Zustande mitmachendem Ammoniumsulfats.

3. Etwa 0,5 Proc. Ammoniak findet sich in den Ausströmungsgasen der Colonne; dies ergibt sich durch Subtraction der Posten 1 + 2 von 6 Proc.

Das unter 1 angeführte Ammoniak bleibt in der Lauge und geht mit derselben in die Destillation; der am feuchten Bicarbonat anhaftende Theil ist so gering, dass er unberücksichtigt bleiben kann.

Das unter 2 angeführte, in der Mutterlauge als Chlorammonium enthaltene Ammoniak (etwa 4,6 Proc.) geht zum grössten Theil in die Destillation, ein kleiner Theil haftet an dem feuchten Bicarbonat und bewirkt neben unzersetztem Chlor-natrium, dass die calcinirte Soda statt volle 100° nur 97 bis 99° zeigt (entsprechend 0,046 bis 0,138 Proc. Ammoniak), hierfür wird 0,08 Proc. Ammoniak gesetzt, dasselbe findet sich in den aus dem Calcinirapparat abgesaugten Gasen vor; es wird von Wasser absorbiert, welches zur Soolenbereitung dient.

Das unter 3 angeführte Ammoniak wird von den Ausströmungsgasen der Colonne in einen Waschapparat transportirt, wo etwa 0,3 Proc. Ammoniak von Soole aufgenommen wurden, welche unmittelbar darauf behufs Bildung von Fällflüssigkeit in den Ammoniakabsorber gelangt; die unabsoorbirten 0,2 Proc. Ammoniak gehen mit den Ausströmungsgasen in einen zweiten Waschapparat, wo etwa 0,17 Proc. von Wasser aufgenommen wird, welches zur Soolenbereitung dient, und welches gemeinschaftlich mit dem unter 2 angeführten Ammoniak des Calcinirapparates die Reinigung der Soole von Gips bewirkt, bez. in der frischen Soole in Form von Carbonat gelöst bleibt. Der Rest von etwa 0,03 Proc. wird in einem Säurebehälter zurückgehalten.

*[Fortsetzung folgt.]*

## Über den Cholesteringehalt der Thrane.

Von

Dr. W. Fahrion.

Während der Leberthran nach Allen und Thomson (vgl. Benedikt, Analyse der Fette S. 369) 0,46 bis 1,32, nach Salkowski (Z. anal. 26, 565) sogar nur 0,3 Proc. Cholesterin enthält, fand Jean (Monit. sc. 1885, 892) in demselben 6 Proc. einer ölichen, nicht verseifbaren Substanz, die sich mit einem Tropfen Schwefelsäure prachtvoll roth färbt. Da dies den An-

schein erwecken könnte, als hätte Jean einen mit Mineralöl gefälschten Thran in Händen gehabt, so habe ich eine Reihe von absolut reinen Leber- und anderen Thrana auf ihren Gehalt an unverseifbaren Substanzen geprüft und zwar nach der von Hoenig und Spitz (d. Z. 1891, 567) angegebenen Methode mit der un wesentlichen Abänderung, dass die 20 cc Petrolätherlösung statt in einem gewogenen Kölbchen direct in der Platinschale auf dem Wasserbad verdampft wurden. Letzteres darf anfangs nicht zu stark kochen, weil sonst durch Spritzen Verluste entstehen können. Dagegen lässt sich, wenn nur die unter 75° übergehenden Anteile des käuflichen Petroläthers angewendet werden, der letztere auf dem Wasserbad vollständig entfernen und ist ein nachheriges Trocknen im Schrank überflüssig. Die Methode gibt bei sehr rascher Ausführung gut übereinstimmende Resultate und ist daher für die Zwecke der Praxis sehr zu empfehlen, besonders, wenn es sich nur um geringere Mengen unverseifbarer Substanzen handelt. Da die Thrane im Allgemeinen sehr schwer verseifbar sind, so ist sorgfältig darauf zu achten, dass die Verseifung auch eine vollständige ist, weil sonst die Resultate naturgemäß zu hoch ausfallen.

Das Unverseifbare wurde durchweg in Form eines gelben, fettigen, ziemlich fest an der Platinschale haftenden Überzugs erhalten, der sich in Alkohol glatt auflöst. Beim Stehen scheidet die alkoholische Lösung, wenn die Menge des Unverseifbaren nicht zu gering ist, Krystalle ab. Die von Jean angeführte Rothfärbung trat in allen Fällen ein, zeigte aber häufig einen Stich in's Braune.

Die erhaltenen Resultate sind in der nebenstehenden Tabelle zusammengestellt.

Von 30 untersuchten Thrana enthielten demnach 14 weniger als 1 Proc., 11 zwischen 1 und 2 Proc., 3 zwischen 2 und 3 Proc. und nur 2 Haifischthrane mehr als 3 Proc. unverseifbare Substanzen. Die Haifischthrane werden einerseits zu den flüssigen Wachsen, andererseits zu den Leberthrana gerechnet. Die für die Nummern 27 bis 30 gefundenen Zahlen sprechen mehr für die letztere Annahme.

Bei den Dorschleberthrana enthalten die dunklen Sorten im Allgemeinen mehr Cholesterin als die hellen. Dies dürfte mit ihrer Gewinnung zusammenhängen, indem die Fischlebern beim kalten Pressen den hellen, beim nachfolgenden warmen Pressen den braunen Leberthran liefern. Des Weiteren dürfte aus den für die Leberthrana