

Ich hoffe, durch die fractionirte Verseifung weitere Aufschlüsse über die Thranfettsäuren zu erhalten und halte es nicht für ausgeschlossen, dass dieselbe in manchen Fällen auch bei der Fettanalyse Dienste leisten kann.

Ammoniaksoda.

Analyse der Abwässer der Destillation.

Von

Konrad W. Jurisch.

Zur vollständigen Analyse der Abgänge aus den Destillationsapparaten der Ammoniaksodafabriken benutzte Verfasser folgende Methode:

Man zieht ein continuirliches Muster, oder stellt dadurch ein Durchschnittsmuster her, dass man in kurzen regelmässigen Zeitintervallen Einzelmuster zieht und sie alle gut mit einander vermischt, um aus der Mischung das Muster für die Analyse zu entnehmen. (Die früher erwähnten regelmässigen Laboratoriumsproben gehen nebenher.)

A. 25 cc des Musters werden mit Normalsalzsäure (1 cc = 0,0365 g HCl) titirt. Um alles Ca CO_3 in Lösung zu bringen, ist Erwärmen nöthig; man muss daher solchen Indicator anwenden, der dies erträgt, z. B. Lackmustinctur. Angenommen, man verbrauche, auf 100 cc des Musters berechnet, A cc Normalsäure, so werden dadurch H_2CaO_2 , Ca CO_3 und NH_3 zusammen angegeben.

B. 100 cc des Musters werden mit kaltem Wasser und etwa 35 g Salmiak versetzt, geschüttelt und mit kaltem Wasser auf 1 l verdünnt. Nach gutem Vermischen werden hiervon 500 cc abfiltrirt und mit derselben Normalsäure titirt. Man erhält dadurch die Menge von H_2CaO_2 und NH_3 in 50 cc des Musters. Angenommen, man habe, auf 100 cc des Musters berechnet, B cc Normalsäure hierfür verbraucht, so gibt die Differenz (A—B) cc die Menge des Ca CO_3 an.

C. Aus dem Liter werden weitere 100 cc abfiltrirt (entsprechend 10 cc des Musters) und mit kohlensaurem Ammoniak gekocht, bis der entweichende Dampf frei von Ammoniak ist. Man filtrirt den aus Arragonit bestehenden Niederschlag ab und titirt ihn mit derselben Normalsäure. Dadurch erfährt man die Menge des Ca Cl_2 , welche schon ursprünglich vorhanden war und welche sich bei B aus H_2CaO_2 gebildet hat. Angenommen, man habe, auf 100 cc des Musters berechnet, C cc Normalsäure hierfür verbraucht.

D. 100 cc des Musters werden mit Ätznatronlösung destillirt. Das entwickelte

Ammoniak wird in etwa 10 cc Normalsäure aufgefangen. Durch Zurücktitriren der noch freien Säure erhält man die Menge NH_3 . Angenommen, es seien D cc Normalsäure durch das überdestillirte Ammoniak gesättigt, so erhält man durch die Differenz (B—D) cc die Menge H_2CaO_2 .

E. 1 cc des Musters, durch Verdünnung genommen (z. B. indem man 10 cc auf 100 cc verdünnt und 10 cc daraus entnimmt), wird mit Decinormalsilberlösung (1 cc = 0,00355 g Cl) und Kaliumchromat als Indicator titirt. Dadurch findet man die Gesamtmenge Chlor in Form von Ca Cl_2 und Na Cl. (NH_4Cl kann nicht zugegen sein, wenn H_2CaO_2 vorhanden ist.) Angenommen, man habe, auf 100 cc des Musters berechnet, E cc Silberlösung verbraucht, so erhält man aus C und E die Menge des Na Cl.

Hiernach enthalten 100 cc des Musters folgende Mengen:

$$\begin{aligned}\text{H}_2\text{CaO}_2 &= \dots\dots\dots (\text{B} - \text{D}) \cdot 0,037 \text{ g} \\ \text{Ca CO}_3 &= \dots\dots\dots (\text{A} - \text{B}) \cdot 0,050 \\ \text{NH}_3 &= \dots\dots\dots \text{D} \cdot 0,017 \\ \text{NH}_4\text{Cl} &= \dots\dots\dots 0 \\ \text{Ca Cl}_2 &= \dots\dots\dots (\text{C} - \text{B} + \text{D}) \cdot 0,0555 \\ \text{Na Cl} &= [\text{E} - 10 (\text{C} - \text{B} + \text{D})] \cdot 0,00585\end{aligned}$$

Selbstverständlich kann man die Fällung des Arragonits in C auch noch auf andere Weise bewirken.

Will man ein Specialmuster untersuchen, welches keinen Ätzkalk, dafür aber wahrscheinlich noch unzersetztes NH_4Cl enthält, so gibt die Probe B nur das freie NH_3 an.

Bei D thut man gut, etwa 30 cc Normalsäure vorzulegen. Die davon gesättigte Menge gibt dann NH_3 und NH_4Cl an.

E gibt die Gesammtchlormenge in Form von Ca Cl_2 , Na Cl und NH_4Cl an. Man hat dann in 100 cc des Musters folgende Mengen:

$$\begin{aligned}\text{H}_2\text{CaO}_2 &= \dots\dots\dots 0 \\ \text{Ca CO}_3 &= \dots\dots\dots (\text{A} - \text{B}) \cdot 0,050 \text{ g} \\ \text{NH}_3 &= \dots\dots\dots \text{B} \cdot 0,017 \\ \text{NH}_4\text{Cl} &= \dots\dots\dots (\text{D} - \text{B}) \cdot 0,0535 \\ \text{Ca Cl}_2 &= \dots\dots\dots \text{C} \cdot 0,0555 \\ \text{Na Cl} &= \dots\dots\dots \left(\frac{\text{E}}{10} - \text{C} - \text{D} + \text{B} \right) \cdot 0,0585\end{aligned}$$

Um zu finden, wie viele Äquivalente Kalk man verbraucht hat, um eine gewisse Menge von Ammoniaksalzen (Chlorammonium) zu zersetzen, hat man, wenn kein NH_4Cl mehr vorhanden ist, die Proportion:

$$(\text{C} - \text{B} + \text{D}) : \text{C} = 1 : x \\ x = \frac{\text{C}}{\text{C} - \text{B} + \text{D}} \text{ Äquivalente.}$$

Ist noch Chlorammonium vorhanden, so hat man dieselbe Proportion:

$$(\text{C} + \text{D} - \text{B}) : \text{C} = 1 : x \\ x = \frac{\text{C}}{\text{C} + \text{D} - \text{B}} \text{ Äquivalente,}$$

wie aus den obigen Formeln sofort ersichtlich ist.

Um eine Anschauung von der Grösse der Zahlen A, B, C, D, E zu vermitteln, mögen hier die Werthe folgen, welche sich für die 12 Muster vom 23. März 1885 (diese Zeitschr. 1898 S. 133) ergaben (B und C reconstruirt):

selbe sollte einem dringenden Bedürfniss abhelfen, indem zuverlässiges Material für die Beurtheilung von Abwässern geliefert wurde. Dadurch, dass der genannte Verein hinter der Denkschrift stand, erhielt sie gewissermaassen einen officiellen Charakter.

Analysen vom 23. März 1885.

Zeit	9 h.	9 h. 30	10 h.	10 h. 30	11 h.	11 h. 30	12 h.	12 h. 30	4 h.	4 h. 30	5 h.	5 h. 30	Durchschnitt
A	71,9	91,7	98,8	125,4	35,2	48,8	131,4	22,4	41,2	120	195,6	79,8	88,51
B	34,7	40,8	70,43	99,81	15,4	24,4	108,22	11,6	10,4	100,4	164,57	58,2	61,58
C	(114) ¹⁾	105,93	161,81	180,28	135,08	147,99	176,99	103,4	110,0	182,98	192,97	153,6	147,09
D	0,52	0,36	0,42	0,33	0,72	0,81	0,23	25,0	9,4	0,42	0,4	0,6	3,27
E	2585	1470	2110	1610	2570	2600	1435	2560	2385	1720	640	2000	1973,75
C+D—B	79,82	65,49	91,8	80,8	120,4	124,4	69,0	116,8	109,0	83,0	28,8	96,0	88,78

Abwässer der Ammoniaksodafabriken.

Von

H. Schreib.

Auf S. 130 d. Z. bespricht Jurisch den oben genannten Gegenstand und beschäftigt sich dabei besonders mit einigen Abwasseranalysen, die er früher veröffentlicht hat, und welche von mir gelegentlich kurz besprochen sind (Chemzg. 1892, 693). Jurisch gibt zu seinen damaligen Veröffentlichungen jetzt nach mehr als 7 Jahren eine Erklärung, indem er ausführt, dass jene Proben die äussersten Grenzen darstellen sollten, zwischen denen sich die Zusammensetzung derartiger Abwässer bewegt. Über andere Abwässer habe er nichts veröffentlichten dürfen. Er sagt dann, dass ich in Unkenntniss dieser Sachlage seine Mittheilungen unrichtig aufgefasst und ihnen eine Bedeutung untergeschoben habe, die sie nicht besitzen. Es ist ein starkes Stück von Jurisch, mir gewissermaassen einen Vorwurf daraus machen zu wollen, dass ich vor etwa 6 Jahren in Unkenntniss seiner jetzigen Erklärung gewesen bin. Die Behauptung aber, dass ich seinen Mittheilungen eine andere Bedeutung untergeschoben habe, ist durchaus falsch, ebenso wenig habe ich die betreffenden Angaben unrichtig aufgefasst. Man muss sich den Thatbestand vor Augen halten. Im Jahre 1890 erschien eine Denkschrift, die im Auftrage der Flusscommission des Vereins zur Wahrung der Interessen der chemischen Industrie Deutschlands von Jurisch bearbeitet war. Von dieser Denkschrift ist viel Aufhebens gemacht. Die-

Von einem solchen Werke muss man aber doch verlangen, dass es wirklich nur Material enthält, welches den Verhältnissen der Praxis entspricht. Und nun erklärt Jurisch jetzt nach 7 Jahren, die Angaben über Ammoniaksoda-Abwasser entsprächen diesen Bedingungen nicht. Er sagt wörtlich: „Die beiden Abwässer sollten ganz einfach die Grenzen bezeichnen, zwischen denen die Zusammensetzung der Abwässer sich bewegt, wobei es dem Leser überlassen blieb, sich die Übergänge selbst zu bilden. Das ist eine unfreiwillige, aber sehr scharfe Kritik, die Jurisch an seinem eigenen Werke übt. Also der Leser soll sich die richtigen Zahlen selbst bilden! Wäre es nicht besser gewesen, dann lieber gar nichts zu bringen, als den Leser durch unrichtige Zahlen zu verwirren? Das Material, welches nach Jurisch's jetziger Erklärung „einer sehr kleinen und vollständig missglückten Versuchsfabrik entstammte, die schon 1883 als untauglich abgebrochen wurde“, durfte doch nicht 1890 in jene Denkschrift aufgenommen werden, ohne dass eine nähere Erklärung gegeben wurde. Jurisch hat a. a. O. (S. 23 d. Denkschrift) kein Wort der Erklärung darüber gesagt, dass jene Zahlen eigentlich nicht gelten sollen. Der Leser ahnt nichts von der Aufgabe, die ihm zuertheilt ist.

Seiner Zeit habe ich über das eine der fraglichen Abwässer mich dahin geäussert, dass es einer sehr schlecht arbeitenden Fabrik entsprechen müsse. Diese meine Bemerkung war völlig richtig, Jurisch bestätigt das ausdrücklich. Über das andere Abwasser habe ich gesagt, die aus demselben sich berechnende Verbrauchsziffer von 160 k Salz für 100 k Soda erscheine sehr niedrig. Ich habe also beide Abwässer als Extreme hingestellt, was Jurisch ja heute zugibt. Wo

¹⁾ Nicht ganz sicher.