

## Anleitung

zur Darstellung und Prüfung der maass-  
analytischen Flüssigkeiten.

Die Flüssigkeiten sollen eine Temperatur von  $+ 15^{\circ}$   
besitzen.

### Acidum hydrochloricum volumetricum.

Normalsalzsäure.

**Darstellung.** 146 gr. Salzsäure von 1,124 spec.  
Gew. verdünne man mit Wasser auf ein Liter Flüssig-  
keit.

**Gehalt:** 1 cc. Normalsalzsäure enthält 0,0365 wasser-  
freie Salzsäure.

**Prüfung.** Man wendet hierzu frisch geglühtes koh-  
lensaures Natrium an, und zwar müssen 18,8 cc. Nor-  
malsalzsäure 1 gr. kohlenensaures Natrium sättigen.

Man stelle sich zuerst eine Lösung von 10 gr. frisch-  
geglühtem kohlensaurem Natrium her, indem man das-  
selbe in einen  $\frac{1}{2}$  Liter Kolben bringt, in etwa 200 cc.  
Wasser löst und dann bis zur Marke mit Wasser auffüllt.  
Je 50 cc. dieser Lösung enthalten 1 gr. kohlenensaures  
Natrium.

Zur Prüfung der Normalsalzsäure pipettire man  
50 cc. obiger Lösung ab, bringe sie in ein Becherglas,

setze einige Tropfen Cochenilltinktur hinzu, und hierauf etwa 17 cc. der Normalsalzsäure, erhitze bis nahe zum Kochen und füge dann weiter von der Normalsalzsäure sehr vorsichtig so lange zu, bis die Flüssigkeit gelbroth geworden.

Da auf das erste Mal der richtige Punkt meist nicht ganz genau getroffen wird, so wiederhole man die ganze Operation, indem man zur kohlen sauren Natriumlösung fast die ganze zuerst gefundene Menge Normalsalzsäure, bis auf 0,2 bis 0,3 cc. auf einmal zufügt, im Wasserbade erwärmt und dann tropfenweise bis zur gelbrothen Färbung titirt.

Je nachdem die zur Herstellung der Normallösung verwendete Salzsäure zu schwach oder zu stark war, wird man mehr oder weniger als 18,8 cc. Normalsalzsäure zur Sättigung brauchen. Braucht man weniger, so muss die Normalsalzsäure verdünnt werden. Hat man z. B. nur 18,5 cc. gebraucht, so fehlen auf je 18,5 cc. der Normalsalzsäure 0,3 cc. Wasser und es sind demnach je 185 cc. mit je 3 cc. Wasser zu verdünnen. Hat man z. B. 950 cc. Normalsalzsäure zu verdünnen, so berechnet sich die Wassermenge:

$$18,5 : 0,3 = 950 : x$$

$$x = 15,4 \text{ cc. Wasser.}$$

Hätte man mehr als 18,8 cc. Salzsäure zur Sättigung nöthig, so muss noch Salzsäure zur Normallösung zugefügt werden. Man findet die Menge durch die Gleichung: 18,8 cc. Normalsalzsäure verhalten sich zu 146 (gr. der zur Verdünnung angewendeten Salzsäure) wie sich verhalten die zur Sättigung verbrauchten cc. der zu schwachen Normalsalzsäure zu x. Hat man z. B. 19,8 cc. gebraucht, so hat man die Gleichung

$$18,8 : 146 = 19,8 : x$$

$$x = 153,7$$

d. h. man hätte statt 146 gr. Salzsäure 153,7 gr. zur Verdünnung benützen sollen, und es sind demnach für 1 Liter noch 7,7 gr. Salzsäure zuzusetzen.

Gleiche Volumina der Normalsalzsäure und der Normalkalilauge (siehe weiter unten) müssen sich sättigen. Um dieses zu prüfen, pipettire man 20 cc. Normalkalilauge ab, bringe sie in ein Becherglas, setze ein paar Tropfen Phenolphthaleinlösung zu, und dann so viel Normalsalzsäure, bis eine deutliche Entfärbung der Flüssigkeit erfolgt. Es müssen hiezu genau 20 cc. der Letzteren gebraucht werden.

**Verwendung.** Die Normalsalzsäure wird gebraucht zur Gehaltsprüfung von:

Aqua Calcariae, Kalium carbonicum, Liquor Ammonii causticus und Natrium carbonicum. Prüfung siehe dort!

1 cc. Normalsalzsäure entspricht:	Kaliumhydroxyd	Calciumhydroxyd	Ammoniak	Natrium carbonic.	Kalium carbonic.
	0,056	0,037	0,017	0,053	0,069 gr.

### Liquor Amyli volumetricus.

Jodzinkstärkelösung.

**Darstellung.** 4 gr. Stärkmehl, 20 gr. Chlorzink und 100 gr. Wasser koche man unter Ersatz des verdampfenden Wassers, bis das Stärkmehl fast vollständig gelöst ist, setze sodann 2 gr. reines trockenes Jodzink hinzu und verdünne mit Wasser, dass die Flüssigkeit 1 Liter betrage, worauf man filtrirt.

Die Flüssigkeit sei farblos, nur wenig opalisirend.

**Verwendung.** Man benützt die Jodzinkstärkelösung zur Prüfung auf freies Chlor, dann als Indicator z. B. bei der Prüfung von Ferrum carbonicum saccharatum, Ferrum oxydatum saccharatum solubile.

### Liquor Argenti nitrici volumetricus.

Zehntel-Normalsilberlösung.

**Darstellung.** 17 gr. reines geschmolzenes salpetersaures Silber löse man in Wasser zu 1 Liter.

**Gehalt:** 1 cc. der Zehntel-Normalsilberlösung enthält 0,017 gr. salpetersaures Silber.

**Verwendung.** Sie dient zur Titrirung der volumetrischen Kochsalzlösung, dann zur Gehaltsprüfung von Ammonium bromatum, Aqua Amygdalarum amararum, Argentum nitricum cum Kalio nitrico, Kalium bromatum, Kalium jodatatum und Natrium bromatum. Prüfung siehe dort!

### Liquor Jodi volumetricus.

Zehntel-Normaljodlösung.

**Darstellung.** 12,7 gr. trocknes, reines Jod bringe man mit 20 gr. Jodkalium und ca. 200 gr. Wasser zusammen und verdünne, aber erst wenn alles Jod gelöst ist, mit Wasser zu 1 Liter.

**Gehalt:** 1 cc. der Jodlösung enthält 0,0127 gr. Jod.

**Verwendung.** Die Jodlösung dient zur Gehaltsprüfung von Liquor Kalii arsenicosi. Prüfung siehe dort!

### Liquor Kalii bromati volumetricus.

Kaliumbromidlösung.

**Darstellung.** 5,94 gr. reines, trocknes Kaliumbromid (Bromkalium) löse man in Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit.

### Liquor Kalii bromici volumetricus.

Kaliumbromatlösung.

**Darstellung.** 1,667 gr. reines trocknes Kaliumbromat (bromsaures Kalium) löse man in Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit.

Je 50 cc. dieser beiden Flüssigkeiten gemischt, machen nach Zusatz von 5 cc. Schwefelsäure von 1,836 bis 1,840 spec. Gew. so viel Brom frei, dass sie 0,0469 gr. Carbonsäure in Tribromphenol verwandeln.

**Verwendung.** Beide volumetr. Flüssigkeiten dienen zur Prüfung von Acidum carbolicum liquefactum. Siehe dort!

### Liquor Kalii hydrici volumetricus.

Normalkalilösung.

**Darstellung.** Ungefähr 58 gr. trocknes, reines Kalihydrat löse man zu 1 Liter Flüssigkeit.

**Gehalt:** 1 cc. der Normalkalilösung soll 0,056 gr. Kalihydrat enthalten. Sie muss von Kohlensäure frei sein.

**Prüfung.** Zur Prüfung der Normalkalilösung wird Oxalsäure verwendet, und zwar muss 1 gr. Oxalsäure 15,9 cc. der volumetrischen Kalilösung zur Sättigung verbrauchen.

Man stelle sich zuerst eine Lösung her, welche 10 gr. Oxalsäure in  $\frac{1}{2}$  Liter Flüssigkeit enthält, so dass 50 cc. dieser Lösung 1 gr. Oxalsäure enthalten.

Zur Prüfung der Normalkalilösung pipettire man 50 cc. obiger Oxalsäurelösung ab, bringe sie in ein Becherglas, setze einige Tropfen Phenolphthaleinlösung hinzu, und dann so lange von der Kalilösung aus einer Bürette, bis die Flüssigkeit schwach roth gefärbt erscheint. Da die Kalilösung etwas stärker dargestellt wurde, so wird man weniger als 15,9 cc. gebrauchen, und man muss dieselbe daher mit Wasser verdünnen. Hat man z. B. nur 15,2 cc. Kalilösung verbraucht, so fehlen auf je 15,2 cc. derselben 0,7 cc. Wasser, und es sind demnach je 152 cc. der Kalilösung noch mit 7 cc. Wasser zu verdünnen. Sind z. B. 1050 cc. Kalilösung zu verdünnen, so berechnet sich die Wassermenge:

$$15,2 : 0,7 = 1050 : x$$

$$x = 48,3 \text{ cc. Wasser.}$$

20 cc. der Normalkalilösung müssen auch 20 cc. der

Normalsalzsäure zur Neutralisation bedürfen. Siehe bei Normalsalzsäure!

**Verwendung.** Die Normalkalilösung dient zur Gehaltsbestimmung von Acetum, Acetum pyrolignosum, Acetum Scillae, Acidum aceticum, Acidum aceticum dilutum, Acidum formicicum, Acidum hydrochloricum, Acidum nitricum, Aluminium sulfuricum, Liquor Aluminium acetici.

Jeder cc. der Normalkalilösung entspricht:	Acidum aceticum anhydric.	Acidum formic. anhydric.	Acidum hydrochloric. anhydr.	Acidum nitricum anhydr.
	0,060	0,046	0,0365	0,063

### Liquor Kalii permanganici volumetricus.

Empirische Kaliumpermanganatlösung.

**Darstellung.** 1 gr. Kaliumpermanganat (übermangansaures Kalium) wäge man in einem Uhrglas und löse dasselbe in ganz reinem, von organischen Stoffen vollkommen freiem, destillirtem Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit. Das destillirte Wasser prüfe man zuerst, indem man eine Probe mit Kaliumpermanganatlösung schwach röthet und erwärmt. Die Lösung darf nicht entfärbt werden.

**Gehalt:** 1 cc. der volumetr. Kaliumpermanganatlösung enthält 0,001 gr. Kaliumpermanganat, und entspricht 0,0017834 gr. metallischem Eisen.

**Prüfung.** Man benützt hiezu eine Auflösung von Eisen in verdünnter Schwefelsäure und zwar muss die Lösung von 0,1 gr. reinsten Eisendrahts 56,2 cc. der Kaliumpermanganatlösung brauchen, damit die Flüssigkeit röthlich erscheint.

Zu diesem Zwecke wende man sogen. Blumendraht an, den man mittels Sand oder Bimsstein ganz blank

reibt. Von diesem wiege man 0,1 gr. ab, bringe ihn in ein schiefstehendes, etwa 15 cm. langes Reagensglas, in welchem sich 5 cc. verdünnte Schwefelsäure befinden, die man zuvor durch Kochen von Luft befreit hat, und unterstütze die Auflösung durch Wärme. Nach vollständiger Lösung und Halberkaltenlassen setze man einige Stückchen Zink hinzu, verschliesse das Reagensglas mit einem Stopfen, welcher von einer engen Glasröhre durchbohrt ist, und fülle das Glas, nachdem die Gasentwicklung fast ganz aufgehört, mit Wasser voll. Nachdem man kurze Zeit stehen gelassen, giesse man die Flüssigkeit von dem Zink ab, wiederhole dieses noch zweimal, indem man zuletzt das mit dem Finger verschlossene Glas umstürzt, und füge nun zu der gemischten Flüssigkeit aus einer Ausgussbürette so lange Kaliumpermanganatlösung, indem man das Glas über weisses Papier hält, bis die Flüssigkeit beim Umschwenken dauernd rosa gefärbt ist. Nach einiger Zeit verschwindet zwar diese Färbung auch wieder, doch erscheint dann die Flüssigkeit trübe.

Hat man mehr Kaliumpermanganatlösung zur Röthung gebraucht, als 56,2 cc., so ist die Lösung zu schwach, und man muss noch Kaliumpermanganat zusetzen. Man findet die Menge des letzteren, indem man die verbrauchten cc. der Lösung durch 56,2 dividirt. Der Quotient drückt die Menge des Kaliumpermanganats aus, welche man statt 1 gr. zu 1 Liter Flüssigkeit hätte lösen sollen. Hat man z. B. 60,0 cc. der Lösung verbraucht, so hat man die Rechnung:

$$56,2 : 60,0 = 1,068 \text{ gr.}$$

Man hätte also 1,068 gr. Kaliumpermanganat statt 1 gr. für 1 Liter lösen sollen, und muss desshalb auf 1 Liter Flüssigkeit noch 0,068 gr. des Salzes zusetzen.

Hat man weniger als 56,2 cc. Kaliumpermanganatlösung gebraucht, z. B. nur 54,2 cc., so ist die Lösung zu stark, und muss verdünnt werden, und zwar müssen

auf je 54,2 cc. noch 2 cc. Wasser, oder je 542 cc. mit 20 cc. Wasser verdünnt werden. Hat man z. B. 1380 cc. Kaliumpermanganatlösung, so berechnet sich die noch zuzusetzende Wassermenge auf folgende Weise:

$$54,2 : 2,0 = 1380 : x$$

$$x = 50,9 \text{ cc. Wasser.}$$

**Verwendung.** Man gebraucht die Kaliumpermanganatlösung zur Gehaltsprüfung von Ferrum pulveratum, Ferrum reductum, Ferrum sulfuricum und Ferrum sulfuricum siccum. Prüfung siehe dort!

## Liquor Natrii chlorati volumetricus.

Zehntel-Normalkochsalzlösung.

**Darstellung.** 5,85 gr. reines, trocknes Kochsalz löse man in Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit.

**Gehalt:** 1 cc. der Kochsalzlösung enthält 0,00585 gr. Kochsalz, und entspricht 0,017 gr. salpetersaurem Silber.

**Prüfung.** Man wendet hiezu die Zehntel-Normalsilberlösung an, und zwar müssen 10 cc. der Zehntel-Normalkochsalzlösung genau hinreichen zur vollständigen Fällung von 10 cc. der Zehntel-Normalsilberlösung.

Die Prüfung geschieht in der Weise, dass man 10 cc. der Kochsalzlösung in ein Becherglas bringt, mit 20 bis 30 cc. Wasser verdünnt, 2 bis 3 Tropfen chromsaure Kaliumlösung zusetzt, und dann so lange von der Zehntel-Normalsilberlösung aus einer Bürette, bis 1 Tropfen letzter Lösung eine bleibend röthliche Färbung erzeugt. Hat man hiezu weniger als 10 cc. Silberlösung gebraucht, so ist die Kochsalzlösung zu schwach, und man muss noch Kochsalz zur Lösung zusetzen. Man erfährt die Menge desselben aus folgender Gleichung:

Die verbrauchten cc. Kochsalz z. B. 9,6 cc. ver-

halten sich zu 10 cc., wie die Menge des aufgelösten Kochsalzes zu x.

$$9,6 : 10 = 5,85 : x$$

$$x = 6,09$$

d. h. man hätte statt 5,85 gr. Kochsalz 6,09 gr. zu 1 Liter Flüssigkeit lösen sollen, und man muss daher für je 1 Liter Flüssigkeit noch 0,24 gr. Kochsalz zusetzen.

Hat man zur bleibenden Röthung mehr cc. Silberlösung gebraucht, als 10 cc., so ist die Kochsalzlösung zu stark, und muss verdünnt werden. Hat man z. B. 12 cc. Silberlösung gebraucht, so sind je 10 cc. der Kochsalzlösung mit 2 cc. Wasser zu verdünnen, oder je 1000 cc. mit 200 cc. Wasser.

Jedenfalls muss nach jeder Aenderung der Lösung die Prüfung nochmals zur Controle vorgenommen werden.

**Verwendung.** Die Zehntel-Normalkochsalzlösung findet Anwendung zur Gehaltsprüfung von Argentum nitricum cum Kalio nitrico. Prüfung siehe dort!

### Liquor Natrii thiosulfurici volumetricus.

Zweizehntel-Normalnatriumthiosulfatlösung.

**Darstellung.** 24,8 Natriumthiosulfat (unterschweifligsaures Natrium) löse man in Wasser zu 1 Liter Flüssigkeit.

**Gehalt:** 1 cc. der Natriumthiosulfatlösung enthält 0,0248 gr. Natriumthiosulfat, und entspricht 0,0127 gr. Jod.

**Prüfung.** 0,3 gr. Jod müssen zur Entfärbung 23,6 cc. der Natriumthiosulfatlösung bedürfen. Man wiege sich 0,3 gr. trocknes, reines Jod ab, löse dasselbe mit Hilfe von 0,5 gr. Jodkalium in 30 cc. Wasser auf, füge einige Tropfen Stärkelösung hinzu, und setze nun aus einer Bürette so lange von der Natriumthiosulfatlösung hinzu, bis die Flüssigkeit entfärbt wird.

Wurden mehr als 23,6 cc. Natriumthiosulfatlösung hiezu verbraucht, so ist die Lösung zu schwach, und man muss noch Natriumthiosulfat zusetzen. Die Menge des letzteren erfährt man durch folgende Gleichung:

23,6 cc. verhalten sich zu den gebrauchten cc. Natriumthiosulfatlösung, wie die Menge des aufgelösten Salzes (24,8 gr.) zu x. Hat man z. B. 24,0 cc. Natriumthiosulfatlösung zur Entfärbung gebraucht, so berechnet sich die noch zuzusetzende Menge des Salzes:

$$23,6 : 24,0 = 24,8 : x$$

$$x = 25,220$$

d. h. man hätte, weil das Salz nicht ganz rein war, statt 24,8 gr. Natriumthiosulfat 25,220 gr. zu 1 Liter Flüssigkeit lösen sollen, und man muss daher für je 1 Liter noch 0,420 gr. Natriumthiosulfat zusetzen.

Wurden weniger als 23,6 cc. Natriumthiosulfatlösung zur Entfärbung gebraucht, so ist die Lösung zu concentrirt, und muss dieselbe mit Wasser verdünnt werden. Hat man z. B. 22,3 cc. gebraucht, so fehlen für je 22,3 cc. noch 1,3 cc. Wasser, oder es sind auf je 223 cc. der Lösung noch 13 cc. Wasser zuzusetzen.

Nach Verdünnung der Lösung oder nach weiterem Zusatz von Natriumthiosulfat ist die Prüfung der Lösung zur Controle nochmals vorzunehmen.

20 cc. der volumetrischen Jodlösung müssen 20 cc. Natriumthiosulfatlösung zur Entfärbung brauchen. Um dieses zu prüfen, pipettirt man 20 cc. der Jodlösung ab, bringt sie in ein Becherglas, setzt einige Tropfen Stärkelösung hinzu, und hierauf soviel Natriumthiosulfatlösung, bis Entfärbung erfolgt. Es müssen genau 20 cc. der letzteren Lösung hiezu verbraucht werden.

**Verwendung.** Man gebraucht die Natriumthiosulfatlösung zur Gehaltsprüfung von Aqua chlorata, Calcaria chlorata, Ferrum carbonicum saccharatum, Ferrum

oxydatum saccharatum solubile, Jodum, Liquor Ferri acetici, Syrupus Ferri oxydati solubilis und Tinctura Jodi. Prüfung siehe dort!

Jeder cc. der Natriumthiosulfatlösung entspricht:	Chlor	Eisen	Jod
	0,00355	0,0056	0,0127.

### Solutio Phenolphthaleini.

**Darstellung.** 1 gr. Phenolphthalein löse man in 100 gr. verdünntem Weingeist. Die Lösung sei farblos.

**Verwendung.** Die Phenolphthaleinlösung dient als Indicator, indem sie in sauren und neutralen Flüssigkeiten farblos bleibt, durch die leiseste Spur von freiem Alkali sich intensiv roth färbt. Man kann die Lösung jedoch nicht als Indicator benutzen, wenn kohlen-säurehaltige Flüssigkeiten titirt werden, da selbst die Kohlensäure die rothe Alkaliverbindung aufhebt, und die Flüssigkeit farblos macht. Man müsste in diesem Falle die Flüssigkeit kochend heiss titiren, um die Kohlensäure zu verjagen.

### Tinctura Coccionellae.

**Darstellung.** 3 gr. gepulverte Cochenille macerire man mit 50 cc. Weingeist und 200 cc. Wasser, worauf man filtrirt. Die Lösung sei rothgelb.

**Verwendung.** Die Flüssigkeit dient als Indicator bei der volumetrischen Bestimmung der kohlen-sauren Alkalien. Der Farbstoff wird durch kohlen-saure und Aetz-Alkalien violett, durch Säuren gelbroth. Bei Anwesenheit von Kalk kann jedoch Cochenilltinktur nicht als Indicator benützt werden, wenn man sauer titiren will; man muss dann immer alkalisch titiren.