

	Aufbewahrung
Natrium bromatum	in gut verschlossenen Gefäßen.
Natrium jodatum	in gut verschlossenen Gefäßen.
Natrium nitrosum	in gut verschlossenen Gefäßen.
Natrium sulfuric. sic- cum	in gut verschlossenen Gefäßen.
Pastilli Hydragryri bi- chlorati.	vor Licht und Feuchtigkeit geschützt. Jede Pastille ist in schwarzes Papier einge- wickelt, das in weißer Farbe die Auf- schrift „Gift“ und die Angabe des Queck- silberchloridgehaltes in Gramm trägt.
Phosphorus	unter Wasser, vor Licht geschützt.
Physostigminum sul- furicum	vor Licht und Feuchtigkeit geschützt.
Rhizoma Filicis	in gut verschlossenen Gefäßen, vor Licht geschützt.
Secale cornutum	in gut verschlossenen Gefäßen, nicht ge- pulvert.
Serum antidiphteri- cum	kühl, aber frostfrei, vor Licht geschützt.
Serum antitetanicum	kühl, aber frostfrei, vor Licht geschützt.
Sirupi	kühl.
Tincturae	in gut verschlossenen Flaschen.
Tuberculinum Koch	kühl, vor Licht geschützt.

## Anleitung zur Darstellung und Prüfung der volumetrischen Flüssigkeiten.

### Normal-Salzsäure.

**Gehalt:** In 1 Liter sind 36,47 g Chlorwasserstoff enthalten.

**Darstellung und Prüfung:** In einen Literkolben wiege man 150 g offizineller Salzsäure von 1,126 bis 1,127 spezifischen Gewichte und fülle den Kolben mit Wasser zur Marke auf.

Zur Gehaltsprüfung verwendet man wasserfreies Natriumcarbonat, welches man durch Glühen von Natriumbicarbonat im Platintiegel erhält, bis kein Gewichtsverlust mehr stattfindet, worauf man im Exsikkator erkalten läßt. Um nicht gezwungen zu sein, mehrmals eine kleine Quantität Natriumcarbonat abzu-

wiegen, wiege man 10 g desselben genau ab, bringe sie in einen 500 ccm Kolben, löse sie in Wasser und fülle bis zur Marke auf. 50 ccm dieser Lösung entsprechen 1 g Natriumcarbonat.

Um obige verdünnte Salzsäure auf einen Gehalt von 36,47 g Chlorwasserstoff einzustellen, pipettiere man 50 ccm der Natriumcarbonatlösung ab, bringe sie in einen Kolben, setze einige Tropfen Dimethylaminoazobenzollösung als Indikator hinzu und hierauf so viel der Säure, bis die Flüssigkeit eine Rosafärbung angenommen hat.

Da man mehr als 146 g der offiziellen Salzsäure, welche nahezu 36,47 g Chlorwasserstoff enthalten, zur Verdünnung verwendet, nämlich 150 g, so wird man zur Sättigung von 1 g Natriumcarbonat weniger Säure bedürfen, als von der Normal-Salzsäure, von der 18,52 ccm zur Sättigung von 1 g Natriumcarbonat nötig sind. Man muß daher die Säure mit Wasser verdünnen. Um die zur Verdünnung nötige Menge Wasser zu finden, bestimme man das Volumen der zu verdünnenden Säure und bringe die zur Neutralisation gebrauchte Menge Säure von 18,52 in Abzug. Man hat dann folgende Gleichung zu berechnen:

Die zur Sättigung verbrauchte Menge Salzsäure verhält sich zur obigen Differenz wie das Gesamtvolumen der zu verdünnenden Säure zu  $x$ . Hat man z. B. 18,1 ccm Säure zur Sättigung gebraucht, so fehlen auf je 18,1 ccm 0,42 ccm Wasser und es müssen also je 18,1 ccm der Salzsäure mit 0,42 ccm Wasser verdünnt werden. Wären 950 ccm Säure zu verdünnen, so berechnet sich die hierzu nötige Menge Wasser:

$$18,1 : 0,42 = 950 : x$$

$$x = 22,4 \text{ ccm Wasser.}$$

Hat man die Verdünnung der Salzsäure mit der berechneten Menge Wasser vorgenommen, so muß nochmals geprüft werden, ob nun zur Neutralisation von 50 ccm Natriumcarbonatlösung, entsprechend 1 g Natriumcarbonat, genau 18,52 ccm Normal-Salzsäure genügen.

1 ccm Normalsalzsäure = 0,03705 g Calciumhydroxyd,  
 = 0,1010 g wasserfreies Natriumtetraborat.  
 = 0,03002 g Formaldehyd,  
 = 0,05611 g Kaliumhydroxyd,  
 = 0,0691 g Kaliumcarbonat.  
 = 0,01703 g Ammoniak,  
 = 0,04001 g Natriumhydroxyd,  
 = 0,037 g Lithiumcarbonat,  
 = 0,053 g wasserfreies Natriumcarbonat.

### Normal-Kalilauge.

**Gehalt:** In 1 Liter sollen 56,11 g Kaliumhydroxyd enthalten sein.

**Darstellung und Prüfung:** Man löse etwa 60 g reines Kaliumhydroxyd zu einem Liter. Diese Lösung wird auf ihren Gehalt mit chemisch reiner, lufttrockener Oxalsäure eingestellt, welche beim Erhitzen auf dem Platinbleche keinen Rückstand hinterläßt.

Man löse zu diesem Zwecke 10 g Oxalsäure in einem 500 ccm Kolben und fülle bis zur Marke auf, so daß 50 ccm dieser Lösung 1 g Oxalsäure enthalten. Von dieser Lösung pipettiere man 50 ccm ab, bringe sie in einen Kolben, setze einige Tropfen Dimethylaminoazobenzollösung und so lange von der zu prüfenden Kalilösung hinzu, bis die rosa Färbung verschwindet.

Da man etwas mehr Kaliumhydroxyd zum Liter gelöst hat als die Normal-Kalilauge im Liter enthält, so wird man bis zu diesem Punkte etwas weniger Kalilauge nötig haben, und man muß dieselbe mit Wasser verdünnen. Zur Neutralisation von 1 g Oxalsäure sind 15,86 ccm Normal-Kalilauge nötig. Die zur Verdünnung nötige Menge Wasser findet man durch Berechnung folgender Gleichung:

Die zur Neutralisation verbrauchten ccm Kalilösung verhalten sich zur Differenz zwischen diesen und 15,86 wie die zu verdünnende Menge Kalilösung zu x.

Hat man z. B. 15,2 ccm Kalilauge zur Neutralisation gebraucht und sollen 1050 ccm Kalilösung verdünnt werden, so hat man die Gleichung

$$15,2 : 0,66 = 1050 : x$$

$$x = 46,2 \text{ ccm Wasser.}$$

Hat man eine Normal-Salzsäure vorrätig, so kann mit dieser die Normal-Kalilauge eingestellt werden, da gleiche Volumina beider Flüssigkeiten einander sättigen. Zu diesem Zwecke pipettiere man 20 ccm Normal-Salzsäure ab, füge einige Tropfen Dimethylaminoazobenzollösung zu, und dann soviel von der einzustellenden Kalilösung, bis die rosa Färbung der Flüssigkeit verschwindet. Es sollen hierzu genau 20 ccm Kalilösung verbraucht werden. Braucht man weniger, so ist die Kalilauge zu stark und man muß dieselbe mit Wasser verdünnen. Man findet die Menge Wasser, indem man die Gleichung berechnet: Die ver-

brauchten cem Kalilösung verhalten sich zur Differenz zwischen diesen und 20, wie die zu verdünnende Menge Kalilauge zu  $x$ . Hat man z. B. 18,6 cem Kalilauge zur Neutralisation gebraucht, und sollen 1200 cem Kalilösung verdünnt werden, so hat man die Gleichung:

$$18,6 : 1,4 = 1200 : x$$

$$x = 90,03 \text{ cem Wasser.}$$

Hat man mehr als 20 cem Kalilauge zur Neutralisation von 20 cem Normal-Salzsäure gebraucht, so ist die Kalilauge zu schwach, und es muß noch Ätzkali hinzugefügt werden. Man findet die Menge des letzteren, indem man folgende Gleichung berechnet: 20 cem d. i. die Menge Kalilösung, welche man hätte brauchen sollen, verhalten sich zu den zur Neutralisation verbrauchten cem Kalilösung z. B. 22 cem wie die Menge Ätzkali, welche man zu 1 Liter gelöst hat z. B. 56 g zu  $x$ :

$$20 : 22 = 56 : x$$

$$x = 61,6 \text{ g,}$$

d. h. man hätte statt 56 g 61,6 g Kaliumhydroxyd zu 1 Liter lösen sollen, und es sind daher zu je 1 Liter Kalilauge noch 5,6 g Ätzkali zuzusetzen.

Ebenso läßt sich mit der Normal-Kalilauge die Normal-Salzsäure einstellen. Man pipettiert 20 cem der zu verdünnenden Salzsäure ab, setzt einige Tropfen Dimethylaminoazobenzollösung zu und dann so viel Normal-Kalilauge, bis die rosa Flüssigkeit verschwindet. Man wird hierzu etwas mehr als 20 cem Normal-Kalilauge nötig haben, da man die Salzsäure stets etwas stärker herstellt als die Normal-Salzsäure, und man muß daher mit Wasser verdünnen. Man findet die zur Verdünnung nötige Menge Wasser, indem man die Gleichung berechnet: 20 cem verhalten sich zur Differenz aus 20 und den verbrauchten cem Normal-Kalilauge, z. B. 22 cem wie das Gesamtvolumen der zu verdünnenden Salzsäure z. B. 1200 cem zu  $x$ .

$$20 : 2 = 1200 : x$$

$$x = 120 \text{ cem Wasser.}$$

Man hat sich stets zu überzeugen, nachdem die Verdünnung vorgenommen wurde, ob sich nun gleiche Volumina Normal-Salzsäure und Normal-Kalilauge sättigen.

$$1 \text{ cem Normal-Kalilauge} = 0,06003 \text{ g Essigsäure,}$$

$$= 0,04602 \text{ g Ameisensäure,}$$

$$= 0,03647 \text{ g Chlorwasserstoffsäure,}$$

- = 0,09005 g Milchsäure,
- = 0,06302 g Salpetersäure,
- = 0,04904 g Schwefelsäure.

### $\frac{1}{10}$ Normal-Salzsäure.

Sie enthält 3,647 g Chlorwasserstoff in 1 Liter.

Man stellt sie dar durch Mischen von 10 ccm Normal-Salzsäure mit 90 ccm Wasser.

- 1 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure = 0,0309 g Chinin und Cinchonin,
- = 0,02852 g Morphin,
- = 0,02482 g Emetin.

### $\frac{1}{10}$ Normal-Kalilauge.

**Gehalt:** Sie soll in 1 Liter 5,611 g Kaliumhydroxyd enthalten.

Man stellt sie durch Mischen von 10 ccm Normal-Kalilauge und 90 ccm Wasser dar. Sie wird gegen Zehntel-Normal-Salzsäure unter denjenigen Versuchsbedingungen eingestellt, welche bei der Verwendung der Zehntel-Normal-Kalilauge obwalten.

**Einstellung:** Soll die  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge zum Zurücktitrieren von  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure bei der Bestimmung der Alkaloide von Cortex Chinae,

- Extractum Chinae aquosum,
- Extractum Chinae spirituosum,
- Extractum Chinae fluidum und
- Radix Ipecacuanhae

Verwendung finden, so stellt man sie folgendermaßen ein: 20 ccm der  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure verdünne man mit Wasser zu 100 ccm, versetze sie mit einer frisch bereiteten Lösung eines Körnchens Hämatoxylin in 1 ccm Weingeist, und lasse unter Umschwenken so viel Zehntel-Normal-Kalilauge zuffießen, bis die Mischung eine gelbliche, beim kräftigen Umschütteln rasch in bläulich-violett übergehende Färbung angenommen hat. Man erfährt dadurch, wie viel ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge 20 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure entsprechen. Eigentlich sollten sich gleiche Volumina beider Flüssigkeiten neutralisieren; doch findet meist eine kleine Differenz statt. Hat man z. B. gefunden, daß 20 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure 19,6 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge neutralisieren, so entsprechen z. B. 25 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure 24,5 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-

Kalilauge. Es müssen in diesem Falle die zum Zurücktitrieren verbrauchten cem  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge von 24,5 in Abzug gebracht werden, um die Alkaloidmenge zu berechnen.

Soll die  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge zum Zurücktitrieren der  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure bei der Bestimmung der Alkaloide von

Extractum Opii,  
Opium,  
Tinctura Opii simplex und  
Tinctura Opii crocata

Verwendung finden, so stellt man sie folgendermaßen ein: 50 cem  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure verdünne man mit 50 cem Wasser und füge so viel Äther zu, daß die Schicht des letzteren die Höhe von etwa 1 em erreicht, worauf man 10 Tropfen Jodeosinlösung zusetzt und so viel  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge, nach jedem Zusatz die Mischung kräftig umschüttelnd, bis die untere wässrige Schicht eine blaßrote Färbung angenommen hat.

Man benützt die  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge auch zur Bestimmung des Säuregrades (siehe Allgemeine Bestimmungen Nr. 25 a, Seite 6) von Adeps suillus und Sebum ovile.

1 cem  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge = 0,01 g Kampfersäure,  
= 0,01634 g Trichloressigsäure,  
= 0,0075 g Weinsäure.

### $\frac{1}{100}$ Normal-Salzsäure.

Sie enthält 0,3647 g Chlorwasserstoff in 1 Liter.

Man stellt sie durch Mischen von 10 cem  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure mit 90 cem Wasser dar.

1 cem  $\frac{1}{100}$  Normal-Salzsäure = 0,00148 g Granatrindenalkaloide,  
= 0,00289 g Hyoscyamin,  
= 0,00364 g Strychnin und Brucin.

### $\frac{1}{100}$ Normal-Kalilauge.

Sie soll in 1 Liter 0,5611 g Kaliumhydroxyd enthalten. Man stellt sie dar durch Mischen von 10 cem  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge mit 90 cem Wasser. Sie ist gegen  $\frac{1}{100}$  Normal-Salzsäure unter den Bedingungen einzustellen, die bei der Verwendung der  $\frac{1}{100}$  Normal-Kalilauge obwalten.

Die  $\frac{1}{100}$  Normal-Kalilauge dient zum Zurücktitrieren der  $\frac{1}{100}$  Normal-Salzsäure bei Bestimmung der Granatwurzelsalkaloide,

des Hyoscyamins und Strychnins. Auch zum Zurücktitrieren von  $\frac{1}{10}$  Normal-Salzsäure bei der Alkaloid-Bestimmung von Samen Strychni findet dieselbe Anwendung.

Um die  $\frac{1}{100}$  Normal-Kalilauge beim Bedarf einzustellen, bringe man 20 ccm der  $\frac{1}{100}$  Normal-Salzsäure in eine 200 ccm fassende Flasche aus weißem Glase, füge etwa 100 ccm Wasser und so viel Äther zu, daß die Schicht des letzteren die Höhe von 1 cm erreicht, worauf man 10 Tropfen Jodeosinlösung und so viel  $\frac{1}{100}$  Normal-Kalilauge zusetzt, nach jedem Zusatz die Mischung kräftig durchschüttelnd, bis die untere, wässrige Schicht eine blaßrote Farbe angenommen hat. Die verbrauchten ccm  $\frac{1}{100}$  Normal-Kalilauge entsprechen 20 ccm  $\frac{1}{100}$  Normal-Salzsäure.

Soll die  $\frac{1}{100}$  Normal-Kalilauge zum Zurücktitrieren bei der Alkaloid-Bestimmung von Samen Strychni verwendet werden, so stellt man sie auf 20 ccm Zehntel-Normal-Salzsäure auf gleiche Weise ein.

Bei der Berechnung des Alkaloidgehaltes ist das bei  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge angegebene zu beachten.

### $\frac{1}{2}$ Normal-Salzsäure.

Sie enthält 18,235 g Chlorwasserstoff in 1 Liter.

Man stellt sie dar durch Mischen gleicher Volumina Normal-Salzsäure und Wasser.

### Weingeistige $\frac{1}{2}$ Normal-Kalilauge.

Die weingeistige Lösung enthält 28,055 g Kaliumhydroxyd in 1 Liter.

Farblose oder doch nur blaßgelbliche Flüssigkeit. Im Lichte aufzubewahren.

**Darstellung und Einstellung der  $\frac{1}{2}$  Normal-Kalilauge:** Etwa 32 g möglichst blanke Stangen von reinem Ätzkali löse man in einen Literkolben in 200 ccm absolutem Alkohol durch Schütteln, und bringe die Lösung mit 90% Alkohol auf 1 Liter.

Zur Einstellung dieser Lösung bringe man 20 ccm  $\frac{1}{2}$  Normal-Salzsäure in einen Kolben, setze einige Tropfen Dimethylaminoazobenzollösung zu und dann so viel von der Kalilauge, bis die rosa Flüssigkeit farblos geworden. Man sollte bis zu diesem Punkte 20 ccm der Kalilösung brauchen. Da man die Kalilauge aber

etwas konzentrierter hergestellt, so wird man bis zu diesem Punkte etwas weniger Kalilauge brauchen, und die Kalilauge ist daher mit 90 % Weingeist zu verdünnen.

Man findet die zur Verdünnung nötige Menge Weingeist durch Berechnung folgender Gleichung: Die zur Neutralisation verbrauchte Menge Kalilauge verhält sich zur Differenz zwischen diesen und 20 ccm wie die zu verdünnende Menge Kalilauge zu x. Hat man z. B. 18 ccm Kalilauge zur Neutralisation gebraucht, und sollten 1200 ccm Kalilauge verdünnt werden, so hat man die Gleichung:

$$18 : 2 = 1200 : x$$
$$x = 133,3 \text{ ccm Weingeist.}$$

Hat man die Verdünnung vorgenommen, so prüft man nochmals, ob sich nun gleiche Volumina  $\frac{1}{2}$  Normal-Salzsäure und weingeistige  $\frac{1}{2}$  Normal-Kalilauge sättigen.

Da der Titer der weingeistigen Halb-Normal-Kalilauge sich leicht verändert, so muß derselbe häufig kontrolliert werden. Findet zwischen den beiden  $\frac{1}{2}$  normalen Flüssigkeiten bei der Neutralisation eine kleine Differenz statt, so verfährt man bei der Berechnung der Säure-Ester- und Verseifungszahl wie bei  $\frac{1}{10}$  Normal-Kalilauge angegeben.

**Verwendung:** Die weingeistige  $\frac{1}{2}$  Normal-Kalilauge dient zur Bestimmung der Säurezahl von Balsamum Copaivae, Balsamum toltolanum, Cera alba, Cera flava und Colophonium, der Esterzahl von Oleum Lavendulae, dann der Verseifungszahl von Balsamum Copaivae, Balsamum peruvianum, Balsamum toltolanum, Oleum Arachidis, Oleum Jecoris Aselli, Oleum Lini und zur Bestimmung von Santolol.

Die  $\frac{1}{2}$  Normal-Salzsäure dient zum Zurücktitrieren der  $\frac{1}{2}$  Normal-Kalilauge bei obigen Bestimmungen.

Über Säurezahl, Verseifungszahl und Ester siehe bei den allgemeinen Bestimmungen Seite 6.

### Zehntel Normal-Jodlösung.

**Gehalt:** Sie soll in 1 Liter 12,692 g Jod, welche mit Hilfe von 20 g Kaliumjodid gelöst werden, enthalten.

**Darstellung und Prüfung:** 20 g Jod zerreibe man mit 2 g Kaliumjodid, bringe das Gemisch in eine Porzellanschale, stürze einen Glasrichter darüber und erwärme gelinde. Das sublimierte, fein zerriebene Jod werde im Exsikkator über Schwefel-

säure getrocknet. Von diesem getrockneten Jod wiege man 14 g ab, bringe sie in einen Literkolben, füge 20 g jodsäurefreies Kaliumjodid hinzu und 100 cem Wasser. Man läßt nun unter öfterem Umschwenken stehen, bis sich alles Jod gelöst hat, und fülle dann mit Wasser bis zur Marke auf.

Die Einstellung dieser Jodlösung geschieht mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung. Gleiche Volumina beider Flüssigkeiten sind einander gleichwertig. Zu diesem Zwecke pipettiere man 20 cem der zu untersuchenden Jodlösung ab, bringe sie in einen Kolben und füge aus einer Bürette  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung hinzu, bis die Flüssigkeit hellgelb erscheint, worauf man einige Tropfen Stärkelösung hinzugefügt und wiederum  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung, bis die Flüssigkeit farblos erscheint.

Da man die Jodlösung etwas konzentrierter hergestellt hat, so wird man von der  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung mehr als 20 cem bis zur Entfärbung verbrauchen. Man muß deshalb die Jodlösung mit Wasser verdünnen. Man findet die zur Verdünnung nötige Menge Wasser, indem man die Gleichung berechnet: 20 verhält sich zu der zur Entfärbung verbrauchten Menge  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung z. B. 23 cem wie das Volumen der zu verdünnenden Jodlösung z. B. 950 cem zu x.

$$20 : 23 = 950 : x$$

$$x = 1092 \text{ cem,}$$

d. h. 950 cem Jodlösung sind mit Wasser auf 1092 cem zu bringen.

1 cem  $\frac{1}{10}$  Normal-Jodlösung = 0,004948 g arsenige Säure,  
 = 0,0100 g Quecksilber,  
 = 0,01355 g Quecksilberchlorid,  
 = 0,01662 g Brechweinstein.

### Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung.

**Gehalt:** In 1 Liter sollen 24,822 g Natriumthiosulfat enthalten sein.

**Darstellung und Prüfung:** Die Einstellung geschieht mittels Jod. Dasselbe reinigt man, wie bei Liquor Jodi volumetricus angegeben, durch Zusammenreiben mit Kaliumjodid, Sublimation und Trocknen im Exsikkator. Von diesem trockenen Jod wiege man 1 g ab und bringe dasselbe mit 5 g jodsäurefreiem Kaliumjodid in ein Kölbchen, welches 200 cem faßt,

setze 50 ccm Wasser zu und lasse dann so lange unter öfterem Umschwenken stehen, bis alles Jod gelöst ist, worauf man mit Wasser bis auf 200 ccm auffüllt. Je 50 ccm dieser Lösung enthalten 0,25 g Jod gelöst und diese bedürfen 19,7 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung zur Entfärbung.

Man löse nun 30 g Natriumthiosulfat in einem Literkolben auf und fülle denselben bis zur Marke. Man pipettiere dann 50 ccm obiger Jodlösung ab, bringe sie in ein Becherglas und setze von der Natriumthiosulfatlösung aus einer Bürette so lange hinzu, bis die Flüssigkeit hellgelb erscheint, worauf man einige Tropfen Stärkelösung hinzufügt. Man füge nun wiederum Natriumthiosulfatlösung hinzu, bis Entfärbung eingetreten. Da man die Natriumthiosulfatlösung etwas konzentrierter herstellt, so wird man bis zu diesem Punkte weniger als 19,7 ccm brauchen und die Lösung ist daher mit Wasser zu verdünnen. Man findet die hierzu nötige Menge Wasser, indem man die Gleichung berechnet: Die verbrauchten ccm Natriumthiosulfatlösung z. B. 17 ccm verhalten sich zur Differenz aus 19,7 und den verbrauchten ccm Natriumthiosulfatlösung ( $19,7 - 17 = 2,7$ ) wie das Gesamtvolumen der zu verdünnenden Lösung z. B. 1200 ccm zu x.

$$19,7 : 2,7 = 1200 : x$$

$$x = 164,5 \text{ ccm Wasser.}$$

Ist die Natriumthiosulfatlösung zu schwach, so wird man beim Titrieren von 50 ccm obiger Jodlösung mehr als 19,7 ccm gebrauchen und man muß der Lösung daher noch Natriumthiosulfat hinzusetzen. Man erfährt die Menge des letzteren durch folgende Gleichung:

19,7 verhalten sich zu den verbrauchten ccm Natriumthiosulfatlösung, z. B. 21 ccm wie die Menge des zu einem Liter aufgelösten Salzes z. B. 25 g zu x.

$$19,7 : 21 = 25 x$$

$$x = 26,65 \text{ g,}$$

d. h. man hätte statt 25 g Natriumthiosulfat 26,65 g zu einem Liter auflösen sollen; man muß daher zu je ein Liter 26,65 — 25 = 1,65 g Natriumthiosulfat zusetzen.

Hat man die Lösung verdünnt oder durch weiteren Zusatz von Natriumthiosulfat verstärkt, so muß die Prüfung nochmals vorgenommen werden und es müssen nun zu 50 ccm Jodlösung genau 19,7 ccm Natriumthiosulfatlösung gebraucht werden.

## 606 Darstellung und Prüfung der volumetrischen Flüssigkeiten.

Hat man eine  $\frac{1}{10}$  Normal-Jodlösung, so kann diese zur Einstellung der  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung benutzt werden, indem gleiche Volumina beider Lösungen einander äquivalent sind. Zur Prüfung pipettiere man 20 ccm  $\frac{1}{10}$  Normaljodlösung ab, bringe sie in ein Becherglas, füge Natriumthiosulfatlösung aus einer Bürette hinzu, bis die Flüssigkeit hellgelb geworden. Nach Zusatz einiger Tropfen Stärkelösung setze man wiederum Natriumthiosulfatlösung, bis Entfärbung eintritt, zu. Braucht man von letzterer Flüssigkeit weniger als 20 ccm bis zu diesem Punkte, so ist die Lösung zu stark und muß mit Wasser verdünnt werden. Braucht man mehr als 20 ccm, so ist die Natriumthiosulfatlösung zu schwach und man muß noch Natriumthiosulfat hinzusetzen. Die Berechnung geschieht auf gleiche Weise wie oben angegeben.

1 ccm Zehntel Normal-Natriumthiosulfatlösung	
= 0,001567 g Phenol,	= 0,003748 g Arsen,
= 0,003546 g Chlor,	= 0,01257 g weißer Quecksilber-
= 0,005585 g Eisen,	präzipitat,
= 0,0018 g Wasserstoffsuperoxyd,	= 0,01 g Quecksilber,
= 0,01269 g Jod,	= 0,0108 g Quecksilberoxyd.

### Weingeistige Jodlösung.

25 g Jod sind in 500 ccm Weingeist zu lösen.

### Weingeistige Quecksilberchloridlösung.

30 g Quecksilberchlorid sind in 500 ccm Weingeist zu lösen. Je 15 ccm dieser beiden Flüssigkeiten werden, nachdem sie mindestens 48 Stunden vor dem Gebrauche gemischt wurden, zur Bestimmung der Jodzahl (siehe Allgemeine Bestimmungen Seite 8) benützt. Das vom Fett oder Öl nicht gebundene Jod wird durch Zehntel Normal-Natriumthiosulfatlösung bestimmt.

### Kaliumbromatlösung.

Sie enthält 1,6702 g Kaliumbromat (Molek.-Gew. 167,02) in 1 Liter.

### Kaliumbromidlösung.

6 g getrocknetes Kaliumbromid sind in Wasser zu 1 Liter zu lösen.

Je 50 cem dieser beiden Flüssigkeiten werden mit 5 cem Schwefelsäure gemischt zur Gehaltsbestimmung der verflüssigten Karbolsäure auf Phenol benützt (siehe bei Acidum carbolieum liquefactum, Seite 30). Das vom Phenol nicht gebundene Brom macht aus dem zugesetzten Kaliumjodid eine äquivalente Menge Jod frei und letzteres wird durch Zehntel Normal-Natriumthiosulfatlösung bestimmt.

1 cem Zehntel Normal-Natriumthiosulfatlösung  
= 0,001567 g Phenol.

### Zehntel Normal-Silbernitratlösung.

Sie enthält 16,989 g Silbernitrat (Molek.-Gew. 169,89) in 1 Liter.

**Darstellung und Prüfung:** Man löse 18 g geschmolzenes Silbernitrat in Wasser zu 1 Liter.

Diese Lösung titriere man mit einer Kochsalzlösung von bestimmtem Gehalt. Zu diesem Zwecke löse man 2 g chemisch reines, durch starkes Glühen von aller Feuchtigkeit befreites Kochsalz in Wasser zu 500 cem, so daß 50 cem dieser Lösung 0,2 g Kochsalz enthalten. Man messe 50 cem ab, füge einige Tropfen Kaliumchromatlösung und dann so viel von obiger Silbernitratlösung aus einer Bürette zu, daß die Flüssigkeit beim Umschwenken bleibend rot erscheint.

0,2 g Kochsalz würden 34,21 cem Zehntel Normal-Silbernitratlösung zur vollständigen Fällung gebrauchen. Da man aber die Silbernitratlösung etwas stärker hergestellt hat, so wird man bis zu diesem Punkte weniger als 34,21 cem gebrauchen, und die Silberlösung muß daher mit Wasser verdünnt werden. Man findet die zur Verdünnung nötige Menge Wasser durch Berechnung der Gleichung:

Die zur Fällung der Kochsalzlösung verbrauchten cem Silberlösung z. B. 30 cem verhalten sich zur Differenz aus 34,21 und den verbrauchten cem Silberlösung (34,21 — 30 = 4,21) wie das Gesamtvolumen der zu verdünnenden Silberlösung z. B. 1200 cem zu x.

$$30 : 4,21 = 1200 : x$$

$$x = 168,4 \text{ cem Wasser.}$$

Hat man eine Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung, so kann man mit dieser die Silberlösung einstellen, da gleiche Volumina der Zehntel-Normal-Lösungen einander gleichwertig sind. Man

pipettiere 10 ccm der Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung ab, bringe sie in ein Becherglas, verdünne mit etwa 20 ccm Wasser, setze 3—4 Tropfen Kaliumchromatlösung zu und dann so viel Silberlösung, bis beim Umrühren bleibende Rötung eintritt. Da die Silberlösung etwas stärker hergestellt wurde, so wird man bis zu diesem Punkte weniger als 10 ccm gebrauchen.

Man findet die zur Verdünnung nötige Menge Wasser durch Berechnung der Gleichung:

Die zur Fällung verbrauchte Menge Silbernitratlösung z. B. 9,2 ccm verhält sich zur Differenz aus 10 und den verbrauchten ccm Silbernitratlösung ( $10 - 9,2 = 0,8$ ) wie das Gesamtvolumen der zu verdünnenden Silberlösung z. B. 950 ccm zu x.

$$9,2 : 0,8 = 950 : x$$

$$x = 82,6 \text{ ccm Wasser.}$$

1 ccm Zehntel-Silbernitratlösung

= 0,009796 g Ammoniumbromid,	= 0,0119 g Kaliumbromid,
= 0,00535 g Ammoniumchlorid,	= 0,00746 g Kaliumchlorid,
= 0,005404 g Cyanwasserstoff,	= 0,01029 g Natriumbromid,
= 0,004956 g Allylsenöl,	= 0,005846 g Natriumchlorid.

### Zehntel Normal-Natriumchlorid.

**Gehalt:** In 1 Liter sind 5,846 g (Molek.-Gew. 58,46) Natriumchlorid enthalten.

**Darstellung und Prüfung:** Man glühe chemisch reines Kochsalz einige Zeit, lasse im Exsikkator erkalten und wiege genau 5,846 g davon ab. Diese bringe man in einen Literkolben, löse in Wasser und bringe die Lösung auf einen Liter.

Hat man eine Zehntel-Normal-Silbernitratlösung, so kann man diese zur Einstellung der Natriumchloridlösung benutzen, da gleiche Volumina der Zehntel-Normalösungen einander gleichwertig sind. Man stelle sich zu diesem Zwecke eine etwas stärkere Natriumchloridlösung her, indem man etwa 6 g entwässertes Natriumchlorid zu einem Liter löst, 10 ccm dieser Lösung abpipettiert, mit 20 ccm Wasser verdünnt, 3 bis 4 Tropfen Kaliumchromatlösung und dann soviel von der Zehntel-Normal-Silbernitratlösung aus einer Bürette zusetzt, bis beim Umrühren eine bleibende Rötung der Flüssigkeit eintritt. Man wird etwas mehr als 10 ccm der Silberlösung bis zu diesem Punkte nötig haben, und die Natriumchloridlösung ist mit Wasser zu verdünnen. Man findet die zur Verdünnung nötige Menge Wasser durch Berechnung der Gleichung: 10 ccm verhalten sich zur Differenz

aus 10 und den verbrauchten cem der Silberlösung z. B. 12 cem wie das Gesamtvolumen der zu verdünnenden Natriumchloridlösung z. B. 1200 cem zu  $x$ .

$$10 : 2 = 1200 : x$$

$$x = 240 \text{ g Wasser.}$$

1 cem Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung = 0,01699 g Silbernitrat.

### Zehntel Normal-Ammoniumrhodanid- lösung.

Sie enthält 7,612 g Ammoniumrhodanid (Molek.-Gew.: 76,12) in 1 Liter.

**Darstellung und Prüfung:** Man stellt die Ammoniumrhodanidlösung mittels  $\frac{1}{10}$  Normal-Silbernitratlösung ein und verwendet hierzu als Indikator eine Lösung von Ferriammoniumsulfat (siehe bei den Reagentien).

Man löse 9 g Ammoniumrhodanid in einem Literkolben zu einem Liter. Man pipettiere 10 cem Zehntel Normal-Silbernitratlösung ab, verdünne sie mit 20 cem Wasser, füge 2 cem Salpetersäure und 1 cem Ferriammoniumsulfatlösung zu und dann so lange von obiger Ammoniumrhodanidlösung aus einer Bürette, bis beim Umrühren eine bleibende Rotfärbung erfolgt. Man wird bis zu diesem Punkt, weil man die Ammoniumrhodanidlösung etwas stärker gemacht hat, weniger als 10 cem Ammoniumrhodanidlösung bedürfen und dieselbe muß mit Wasser verdünnt werden. Man findet die zur Verdünnung nötige Menge Wasser, indem man die Gleichung berechnet: Die verbrauchten cem Ammoniumrhodanidlösung verhalten sich zur Differenz aus 10 und den verbrauchten cem Ammoniumrhodanidlösung z. B. 9,5 cem wie das Gesamtvolumen der zu verdünnenden Lösung z. B. 1500 cem zu  $x$ .

$$9,5 : 0,5 = 1500 : x$$

$$x = 78,9 \text{ cem Wasser.}$$

Hat man die Verdünnung der Ammoniumrhodanidlösung vorgenommen, so prüfe man nochmals, ob nun genau 10 cem dieser Lösung bis zur Rotfärbung nötig sind.

1 cem Zehntel Normal-Ammoniumrhodanidlösung  
= 0,01079 g Silber,  
= 0,01 g Quecksilber.