VII.

Die Reagentien und titrirten Lösungen, ihre Bereitung und erforderlichen Eigenschaften.

A. Allgemeine, sowie zum qualitativen und quantitativen Nachweis einzelner Bestandtheile der Wässer gebrauchte Reagentien.

Aether.

Man wendet reinen, käuflichen Aether von 0,724 bis 0,728 Volumgewicht an, welcher sich beim Verdampfen, ohne einen Rückstand zu hinterlassen, verflüchtigt.

Werden gleiche Volume Aether und Wasser kräftig geschüttelt, so darf das Volum des letzteren höchtens um den zehnten Theil zunehmen.

Alkohol.

Man wendet reinen, käuflichen, beim Verdampfen vollständig flüchtigen Alkohol von 0,83 bis 0,834 Volumgewicht, einem Gehalte von 91,2 bis 90 Volumprocenten oder 87,2 bis 85,6 Gewichtsprocenten entsprechend an, welcher neutral reagirt und sich mit Wasser in allen Verhältnissen ohne Trübung mischt.

Um die Herstellung und die Controle des Gehalts wasserhaltigen Alkohols verschiedener Concentrationsgrade zu erleichtern, lassen wir hierunter zwei darauf bezügliche Tabellen folgen.

Volumgewicht wasserhaltigen Alkohols und entsprechender Gehalt nach Gewichtsprocenten.

(Nach den Annahmen der Kaiserlichen Normal-Aichungs-Commission, basirt auf den von Mendelejeff berechneten Formeln.)

Volumgewichte bei 15,56°, bezogen auf Wasser von derselben Temperatur.

Volumgewicht	= Gewichtsprocente	Volumgewicht	= Gewichtsprocente	Volumgewicht	= Gewichtsprocente
0,93445	50	0,89740	67	0,85256	84
0,93250	51	0,89499	68	0,84961	85
0,93052	52	0,89256	69	0,84660	86
0,92850	53	0,89010	70	0,84355	87
0,92646	54	0,88762	71	0,84044	88
0,92439	55	0,88511	72	0,83726	89
0,92229	56	0,88257	73	0,83400	90
0,92015	57	0,88000	74	0,83065	91
0,91799	58	0,87740	75	0,82721	92
0,91580	59	0,87477	76	0,82365	93
0,91358	60	0,87211	77	0,81997	94
0,91134	61	0,86943	78	0,81616	95
0,90907	62	0,86670	79	0,81217	96
0,90678	63	0,86395	80	0,80800	97
0,90447	64	0,86116	81	0,80359	98
0,90214	65	0,85833	82	0,79891	99
0,89978	66	0,85547	83	0,79391	100

Volumgewicht bei 15°, bezogen auf Wasser von derselben Temperatur.

Volumgewicht	= Gewichtsprocente	Volumgewicht	= Gewichtsprocente	Volumgewicht	= Gewichtsprocente
0,91873	50	0,90754	55	0,89611	60
0,91651	51	0,90527	56	0,89380	61
0,91429	52	0,90299	57	0,89149	62
0,91205	53	0,90071	58	0,88917	63
0,90980	54	0,89841	59	0,88684	64

Volum-gewicht	= Gewichts-procente	Volum-gewicht	= Gewichts-procente	Volum-gewicht	= Gewichts-procente
0,88450	65	0,85593	77	0,82577	89
0,88216	66	0,85350	78	0,82312	90
0,87981	67	0,85106	79	0,82043	91
0,87746	68	0,84860	80	0,81771	92
0,87509	69	0,84614	81	0,81495	93
0,87272	70	0,84366	82	0,81215	94
0,87035	71	0,84116	83	0,80931	95
0,86797	72	0,83865	84	0,80642	96
0,86557	73	0,83612	85	0,80347	97
0,86318	74	0,83357	86	0,80048	98
0,86077	75	0,83099	87	0,79743	99
0,85836	76	0,82840	88	0,79432	100

Anmerkung. Die obigen Zahlen, sowie auch die anderen in diesem Capitel abgedruckten Tabellen, welche das Volumgewicht und den Gehalt von Reagentienlösungen verzeichnen, sind den vortrefflichen „Physikalisch-chemischen Tabellen" von Landolt und Börnstein, Berlin (Julius Springer) 1883 entnommen.

Die darin enthaltenen Angaben beziehen sich meist auf Wasser von Zimmertemperatur. Um die Umrechnung der betreffenden Werthe auf Wasser im Zustande der grössten Dichte, d. i. von 4°, zu ermöglichen, stellen wir hierunter die von F. Rossetti abgeleiteten Volumgewichte des Wassers bei verschiedenen Temperaturen (Dichte bei 4° = 1) zusammen:

Temperatur	Vol.-Gew. des Wassers	Temperatur	Vol.-Gew. des Wassers
0°	0,999871	13°	0,999430
1°	0,999928	14°	0,999299
2°	0,999969	15°	0,999160
3°	0,999991	16°	0,999002
4°	1,000000	17°	0,998841
5°	0,999990	18°	0,998654
6°	0,999970	19°	0,998460
7°	0,999933	20°	0,998259
8°	0,999886	21°	0,998047
9°	0,999824	22°	0,997828
10°	0,999747	23°	0,997601
11°	0,999655	24°	0,997367
12°	0,999549		

Ammoniakflüssigkeit (Ammoniak).

Man wendet reine, käufliche Ammoniakflüssigkeit von etwa 0,96 Volumgewicht an; dieselbe enthält circa 10 Procent gasförmiges Ammoniak.

Die Ammoniakflüssigkeit muss farblos sein, darf beim Verdampfen in einem Platinschälchen nicht den geringsten Rückstand hinterlassen, mit dem vierfachen Volum Kalkwasser versetzt, sich nicht trüben (Kohlensäure), mit Schwefelammonium- und Ammoniumoxalat keinerlei Fällung geben, und nach dem Uebersättigen mit Salpetersäure weder durch Baryumchlorid-, noch durch Silbernitratlösung getrübt, noch auch durch Schwefelwasserstoff gefärbt werden.

Um den Experimentator in den Stand zu setzen, sich durch eine Aräometerprobe schnell über den Gehalt einer Ammoniakflüssigkeit zu orientiren, stellen wir hierunter die Volumgewichte und die denselben entsprechenden Gewichtsprocente Ammoniak wässeriger Ammoniaklösungen zusammen. Wir beschränken uns dabei auf ganze Procente und diejenigen Concentrationsgrade, welche für den Analytiker von Interesse sind.

Volumgewicht bei 14°, bezogen auf Wasser von 14° = 1.

(Nach L. Carius.)

Volumgewicht	= Procente H_3N	Volumgewicht	= Procente H_3N	Volumgewicht	= Procente H_3N
0,9709	7	0,9414	15	0,9162	23
0,9670	8	0,9380	16	0,9133	24
0,9631	9	0,9347	17	0,9106	25
0,9593	10	0,9314	18	0,9078	26
0,9556	11	0,9283	19	0,9052	27
0,9520	12	0,9251	20	0,9026	28
0,9484	13	0,9221	21	0,9001	29
0 9449	14	0,9191	22	0,8976	30

Ammoniumcarbonatlösung.

Man löst 1 Theil reines, käufliches Ammoniumcarbonat in 4 Theilen destillirten Wassers, welchen man 1 Theil Ammoniakflüssigkeit von 0,96 Volumgewicht hinzugesetzt hat.

Die Lösung des Ammoniumcarbonats muss sich vollständig verflüchtigen und darf, nach dem Uebersättigen mit Salpetersäure,

weder durch Baryumchlorid-, noch Silbernitratlösung, noch durch Schwefelwasserstoff gefärbt oder gefällt werden.

Ammoniumchloridlösung.

Man löst 1 Theil reinen, käuflichen, eisenfreien Salmiak (Ammoniumchlorid) in 8 Theilen destillirten Wassers.

Die Lösung muss neutral reagiren, und, auf Platinblech verdampft, einen Rückstand hinterlassen, welcher sich bei weiterem Erhitzen vollständig verflüchtigt.

Ammoniumfluorid.

Man wendet käufliches, beim Glühen in einem Platingefässe vollständig flüchtiges Fluorammonium an.

Ammoniummolybdatlösung.

Siehe: Molybdänsäurelösung, Seite 385.

Ammoniumnitrat.

Man wendet reines, käufliches Ammoniumnitrat an, welches sich beim Erhitzen auf dem Platinblech verflüchtigt, ohne einen glühbeständigen Rückstand zu hinterlassen.

Ammoniumoxalatlösung.

Man löst 1 Theil käufliches, reines und neutrales Ammoniumoxalat (oxalsaures Ammoniak) in 24 Theilen destillirten Wassers.

Die Lösung darf weder durch Schwefelwasserstoff, noch durch Ammoniumsulfid gefällt oder getrübt werden. Der beim Verdampfen bleibende Rückstand muss sich beim Glühen auf Platinblech vollständig verflüchtigen.

Ammoniumsulfidlösung
(Schwefelammoniumlösung).

Man leitet durch 3 Theile Ammoniakflüssigkeit Schwefelwasserstoffgas, bis dieses nicht mehr absorbirt wird, und fügt alsdann noch 2 Theile derselben Ammoniakflüssigkeit hinzu.

Die so dargestellte Ammoniumsulfidlösung ist anfangs farblos und scheidet, mit Säuren versetzt, keinen Schwefel ab; aber schon nach kurzer Zeit färbt sie sich unter der Einwirkung der Luft in Folge der Bildung von Ammoniumpolysulfiden gelb und giebt mit Säuren alsdann eine weisse Fällung von Schwefel.

Die Lösung muss den dem Ammoniumsulfid eigenthümlichen Geruch im hohen Grade zeigen, mit Säuren reichlich Schwefel-

wasserstoff entwickeln und dabei entweder keinen oder einen rein weissen Niederschlag von Schwefel geben. Sie darf, in einem Platingefässe verdampft und geglüht, keinen Rückstand hinterlassen und Calcium- und Magnesiumsalzlösung auch beim Erwärmen nicht trüben oder fällen.

Ammoniumsulfocyanidlösung
(Rhodanammoniumlösung).

Man löst 1 Theil käufliches, reines Rhodanammonium in 10 Theilen destillirten Wassers.

Die Lösung muss, mit verdünnter reiner Salzsäure versetzt, klar bleiben.

Baryumchloridlösung.

Man löst 1 Theil käufliches, reines Baryumchlorid in 10 Theilen destillirten Wassers.

Die Lösung muss vollständig neutral reagiren und darf weder durch Schwefelwasserstoff, noch durch Ammoniumsulfid gefärbt oder gefällt werden. Reine Schwefelsäure muss daraus alles Feuerbeständige niederschlagen, so dass die von dem Baryumsulfat abfiltrirte Flüssigkeit, auf Platinblech verdampft, nicht den geringsten Rückstand hinterlässt.

Barytwasser (Baryumhydratlösung).

Man löst 1 Theil reines, käufliches, krystallwasserhaltiges Baryumhydrat, $BaH_2O_2 + 8H_2O$, unter Erwärmen in 20 Theilen destillirten Wassers, filtrirt und bewahrt die Lösung in gut verschlossenen Flaschen auf. Schwefelsäure soll aus dem Barytwasser alles Glühbeständige fällen. Die vom Baryumsulfat abfiltrirte Flüssigkeit darf weder auf Zusatz von Alkohol gefällt werden, noch beim Eindampfen einen festen Rückstand hinterlassen.

Bleiacetatlösung.

Man löst 1 Theil käufliches, reines Bleiacet in 10 Theilen destillirten Wassers.

Bleilösung, alkalische
(zum Nachweis von Schwefelwasserstoff).

Man versetzt eine Auflösung von 1 Theil käuflichem, reinem Bleiacetat (essigsaurem Blei) in 10 Theilen destillirten Wassers mit so viel Natronlauge, dass der anfangs entstandene Niederschlag wieder vollständig in Lösung gegangen ist. Die Lösung wird in gut verschlossenen Gefässen aufbewahrt.

Bleipapier.

Man tränkt Streifen von weissem Filtrirpapier mit einer Lösung von käuflichem Bleiacetat (1 : 10), trocknet sie an einem vor Schwefelwasserstoff geschützten Orte und bewahrt sie in gut verschlossenen Gefässen auf.

Bromwasser.

Braunrothe, durch wiederholtes Schütteln von Brom mit der 20fachen Menge destillirten Wassers erhaltene Lösung, welche etwa 1 Theil Brom in 30 Theilen Wasser enthält. Mit destillirtem Wasser verdünnt, darf auf Zusatz von Baryumchloridlösung keine Trübung erfolgen. Die Flüssigkeit wird in Gläsern mit eingeschliffenem Glasstopfen aufbewahrt.

Brucin.

Man wendet reines, käufliches Brucin an.

Calciumchlorid
(zum Füllen der Chlorcalciumröhren).

Man wendet das im Handel unter dem Namen „Calcium chloratum siccum“ gehende, weisse, poröse, trockene Chlorcalcium an.

Calciumhydrat.

Man stellt dasselbe dar, indem man nach und nach zu gut gebranntem, weissem Marmor so viel Wasser bringt, dass derselbe zu einem feinen, auf Zusatz weiterer Mengen von Wasser sich nicht mehr erhitzenden, weissen Pulver zerfällt.

Caramellösung.

Man löst 1 g reinen Rohrzucker in 40 bis 50 ccm destillirten Wassers, fügt 1 ccm verdünnte Schwefelsäure (1 Vol. : 3 Vol.) hinzu und kocht 10 Minuten. Darauf setzt man 1 ccm Natronlauge (1 Theil Natriumhydrat in 2 Theilen Wasser gelöst) hinzu und erhält die Flüssigkeit nochmals 10 bis 12 Minuten im Sieden. Man lässt erkalten und füllt die erhaltene, tief braune Lösung zum Liter auf.

Chlorwasserstoffsäure (Salzsäure).

Man wendet käufliche, reine Salzsäure von 1,10 bis 1,12 spec. Gewicht an; dieselbe enthält 20 bis 25 Proc. gasförmige Salzsäure.

Die Salzsäure muss farblos sein und darf beim Verdampfen keinen Rückstand hinterlassen. Färbt sie sich beim Abdampfen

gelb, so enthält sie in der Regel Eisenchlorid. Sie darf Zinkjodidstärkelösung nicht bläuen (Chlor oder Eisenchlorid), Indigolösung nicht entfärben (Chlor) und eine durch Jodstärke schwach blaue Flüssigkeit nicht entfärben (schweflige Säure). Baryumchloridlösung darf in der stark mit destillirtem Wasser verdünnten Säure keinen Niederschlag hervorrufen (Schwefelsäure). Schwefelwasserstoff muss sie unverändert lassen und in ihrer mit Ammoniak übersättigten, wässerigen Lösung darf Schwefelammonium keine Färbung oder Trübung hervorrufen.

Wenn man in einem Probirrohre 3 ccm Salzsäure mit 6 ccm Wasser und Jodlösung bis zur Gelbfärbung versetzt, einige Stückchen reinen Zinks hinzufügt, einen Baumwollpfropfen einschiebt, die Oeffnung des Rohres mit einem Blatte weissen Filtrirpapiers verschliesst und dieses in der Mitte mit einem Tropfen concentrirter Silberlösung (1:2) befeuchtet, so darf weder sogleich, noch nach einer halben Stunde die mit Silbernitrat benetzte Stelle sich gelb färben, noch die Färbung von der Peripherie aus in Braun bis Schwarz übergehen (Arsen).

Tabelle,

welche die Volumgewichte und die denselben entsprechenden Procente Chlorwasserstoff von häufiger gebrauchten Salzsäurelösungen verzeichnet.

Volumgewichte bei 15°.

(Nach J. Kolb.)

Volumgewicht	= Procente HCl	Volumgewicht	= Procente HCl	Volumgewicht	= Procente HCl
1,052	10,4	1,108	21,5	1,161	32,0
1,060	12,0	1,116	23,1	1,166	33,0
1,067	13,4	1,125	24,8	1,171	33,9
1,075	15,0	1,134	26,6	1,175	34,7
1,083	16,5	1,143	28,4	1,180	35,7
1,091	18,1	1,152	30,2	1,185	36,8
1,100	19,9	1,157	31,2		

Bei der quantitativen Bestimmung des Arsens kann man bei der Zerstörung vorhandener organischer Substanzen eine folgendermaassen behandelte Säure anwenden: Reine, 10procentige Salzsäure wird mit Schwefelwasserstoffgas gesättigt und in verschlossener Flasche längere Zeit der Ruhe überlassen. Beim Gebrauch der Säure filtrirt man die klare Flüssigkeit von dem entstandenen

Schwefelniederschlage ab, in welchen die geringsten Spuren von Arsen übergegangen sind, welche möglicherweise in der Salzsäure enthalten waren.

Als verdünnte Salzsäure wendet man ein Gemenge von gleichen Raumtheilen der concentrirten Chlorwasserstoffsäure und destillirten Wassers an.

Curcumapapier.

1 Theil zerstossene Curcumawurzel wird unter Erwärmen mit 6 Theilen verdünnten Alkohols ausgezogen. Man filtrirt die so erhaltene Lösung des Curcumafarbstoffes und tränkt damit Streifen von Filtrirpapier. Dieselben müssen nach dem Trocknen schön gelb gefärbt sein und von wässerigen Flüssigkeiten leicht benetzt werden.

Diphenylamin.

Man wendet reines, bei 54° schmelzendes, käufliches Diphenylamin an.

Eisen, pulverisirtes.

Das in den Apotheken vorräthige feine, graue, etwas metallisch glänzende Eisenpulver (Ferrum pulveratum).

Eisen, reducirtes.

Das in den Apotheken vorräthige graue (nicht schwärzliche oder bräunliche), glanzlose, mindestens 90 Proc. Eisen enthaltende „Ferrum reductum", welches beim Uebergiessen mit verdünnter Schwefelsäure eine stürmische Wasserstoffentwickelung hervorruft und beim Erhitzen unter Verglimmen in schwarzes Eisenoxyduloxyd übergeht.

Eisenalaunlösung.

Man wendet eine kalt gesättigte Lösung von reinem, aber völlig chlorfreiem Eisenalaun [Kaliumferrisulfat, $Fe_2(SO_4)_3, Ka_2SO_4 + 24H_2O$] an.

Eisenchloridlösung.

Man löst 1 Theil reinen, käuflichen, krystallisirten Eisenchlorids ($Fe_2Cl_6 + 12H_2O$) in 5 Theilen destillirten Wassers.

Eisenchlorürlösung
(zur Reduction von Salpetersäure).

Man löst eiserne Nägel, welche man durch Abwaschen und Abätzen mit Salzsäure von äusseren Verunreinigungen befreit hat,

unter Erwärmen in Salzsäure, bis eine beim Erkalten krystallisirende Lösung entsteht. Man fügt darauf noch etwas Salzsäure hinzu und filtrirt so schnell als möglich durch ein befeuchtetes faltiges Filter. Die klare, etwas grün gefärbte Lösung wird in einer wohl verschlossenen Flasche aufbewahrt.

Essigsäure.

Man wendet etwa 30procentige, reine Essigsäure an, welche sich beim Verdampfen verflüchtigt, ohne einen Rückstand zu hinterlassen und frei von Salzsäure und Schwefelsäure ist.

Ferrocyankaliumlösung.

Siehe: Kaliumferrocyanidlösung.

Flusssäure.

Man benutzt käufliche Flusssäure, welche bei dem Verdampfen in einem Platingefässe keinen Rückstand hinterlässt.

Kaliumchlorat.

Man wendet käufliches, krystallisirtes, reines Kaliumchlorat (chlorsaures Kalium) an.

Die wässerige Lösung darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Ammoniumoxalat, noch durch Silbernitrat verändert werden. Im bedeckten Tiegel geglüht, muss das Salz einen weissen, in Wasser löslichen Rückstand hinterlassen, der nicht alkalisch reagirt.

Kaliumferrocyanidlösung
(Lösung von gelbem Blutlaugensalz).

Man löst 1 Theil käufliches, gelbes Blutlaugensalz in 10 Theilen destillirten Wassers.

Für die colorimetrische Eisenbestimmung verwendet man eine Lösung, welche 1 Theil Ferrocyankalium in 200 Theilen Wassers enthält.

Kaliumhydratlösung (Kalilauge).

Man wendet reine, käufliche Kalilauge an. Sie sei klar, farblos, möglichst frei von Kohlensäure und werde durch Ammoniumsulfidlösung nicht geschwärzt.

Wir theilen hierunter eine Tabelle mit, welche die Volumgewichte und die denselben entsprechenden Procente Kaliumhydrat von verschieden concentrirten Kalilaugen verzeichnet.

Volumgewichte bei 15°.

Volumgewicht	= Procente KHO	Volumgewicht	= Procente KHO	Volumgewicht	= Procente KHO
1,049	6	1,188	21	1,361	36
1,058	7	1,198	22	1,374	37
1,065	8	1,209	23	1,387	38
1,074	9	1,220	24	1,400	39
1,083	10	1,230	25	1,412	40
1,092	11	1,241	26	1,425	41
1,101	12	1,252	27	1,438	42
1,110	13	1 264	28	1,450	43
1,119	14	1,276	29	1,462	44
1,128	15	1,288	30	1,475	45
1,137	16	1,300	31	1,488	46
1,146	17	1,311	32	1,499	47
1,155	18	1,324	33	1,511	48
1,166	19	1,336	34	1,525	49
1,177	20	1,349	35	1,539	50

Kaliumjodid (Jodkalium).

Man wendet das käufliche, reine, in Würfeln krystallisirte, an der Luft nicht feucht werdende Jodkalium an. Die wässerige Lösung, mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert, darf auf Zusatz von Zinkjodidstärkelösung nicht gebläut werden.

Kaliumnitrat (Salpeter).

Man wendet reinen, käuflichen, pulverisirten Salpeter an.

Kaliummanganatlösung, alkalische (zur Bestimmung des Albuminoidammoniaks nach Wanklyn, Chapman und Smith).

200 g reines, käufliches Kaliumhydrat und 8 g käufliches, krystallisirtes Kaliumpermanganat werden in 1 Liter destillirten Wassers gelöst. Man bringt die Lösung in eine grosse Retorte und destillirt möglichst schnell 200 bis 250 ccm Wasser daraus ab. Etwa vorhandene Spuren von Ammoniak bezw. stickstoffhaltigen organischen Substanzen werden dadurch ausgetrieben bezw. zerstört. Man lässt die concentrirte Flüssigkeit an einem ammoniak-

freien Orte erkalten, füllt mit ammoniakfreiem, destillirtem Wasser zum Liter auf und bewahrt die Lösung in Flaschen mit gut schliessenden Glasstöpseln auf.

Kaliumpermanganatlösung,

(Chamäleonlösung, zur qualitativen Prüfung auf organische Substanzen.).

Man löst 0,5 Theile reines, käufliches Kaliumpermanganat in 100 Theilen destillirten Wassers und bewahrt die Lösung in wohlverschlossenen Flaschen auf. Vor einem Versuch verdünnt man diese Lösung mit reinem, destillirtem Wasser, bis sie in 1 cm dicken Schichten durchsichtig wird.

Kaliumpyroantimoniatlösung.

Man löst 1 Theil käufliches, saures, pyroantimonsaures Kalium in 20 Theilen destillirten Wassers und giesst die anfangs trübe Lösung, nachdem sie sich geklärt hat, von dem ungelösten Rückstand ab.

Kalkwasser.

Man bereitet dasselbe, indem man frisch gebrannten Kalk mit wenig destillirtem Wasser übergiesst und nach dem Zerfallen noch so viel Wasser hinzufügt, dass eine dünne Milch (Kalkmilch) entsteht. Letztere füllt man in eine Flasche, schüttelt durch und lässt absetzen. Die klare Flüssigkeit, das Kalkwasser, wird in gut verschlossenen Gefässen aufbewahrt. Soll das Kalkwasser möglichst frei von Alkalien sein, so entferne man die zwei oder drei ersten Abgüsse und benutze nur die folgenden.

Das Kalkwasser muss empfindliches rothes Lackmuspapier blau, Curcumapier stark braun färben und mit Natriumcarbonatlösung einen nicht zu geringen weissen Niederschlag geben. Zeigt es diese Eigenschaft nicht mehr, was bald geschieht, wenn es längere Zeit in Berührung mit der Luft war, so ist es unbrauchbar.

Kupferoxyd.

Man verwendet käufliches, schwarzes, in verdünnter Salpetersäure leicht und ohne Rückstand lösliches Kupferoxyd.

Kupfersulfatlösung.

Man löst 1 Theil krystallisirtes Kupfersulfat in 10 Theilen Wasser.

Kupfervitriolbimsstein.

Bimssteinstückchen werden mit einer concentrirten Kupfersulfatlösung bis zum völligen Austreiben der Luft gekocht, dann getrocknet und schliesslich bis zur Entwässerung (bei etwas über 200°) des aufgesogenen Kupfersulfats erhitzt.

Lackmustinctur und Lackmuspapier.

1) Der gepulverte, käufliche Lackmusfarbstoff wird wiederholt mit heissem, destillirtem Wasser behandelt. Die wässerigen Auszüge werden behufs Zersetzung der darin vorhandenen Carbonate (Kaliumcarbonat) mit Essigsäure gelinde übersättigt und auf dem Wasserbade bis zur Consistenz eines dicken Extractes, keineswegs aber bis zur Trockenheit eingedampft. Den schwer flüssigen Rückstand verdünnt man allmählich mit 90procentigem Alkohol, bringt das Gemisch in einen Kolben und fügt eine reichliche Menge 90procentigen Alkohols hinzu. Es wird dadurch der gegen Säuren und Basen äusserst empfindliche Farbstoff gefällt, während ein weniger empfindlicher rother Farbstoff und Kaliumacetat in Lösung gehen. Man filtrirt und wäscht mit Weingeist aus. Der zurückbleibende Farbstoff wird in destillirtem Wasser unter Erwärmen gelöst und die Lösung filtrirt.

2) Die Bereitung der obigen Tinctur nimmt einige Zeit in Anspruch. Etwas rascher kommt man zum Ziele, erhält aber auch eine etwas weniger empfindliche und haltbare Lackmustinctur, wenn man aus den zerkleinerten Lackmusstücken zunächst den weniger empfindlichen Farbstoff mit Alkohol von 85 Volumprocenten entfernt und, sobald die alkoholischen Auszüge nur noch schwach violett gefärbt erscheinen, den Rückstand mit destillirtem Wasser behandelt, wobei der in Weingeist unlösliche, empfindliche Farbstoff in Lösung geht, gleichzeitig aber auch etwas kohlensaures Kalium gelöst wird. Die abfiltrirte Flüssigkeit erscheint bei dem Verdünnen mit wenig Wasser violett und wird durch stärkeres Verdünnen rein blau.

Ein Theil der concentrirten Auflösung des blauen Pigments wird mit destillirtem Wasser verdünnt und so lange tropfenweise mit sehr verdünnter Säure (1 bis 2 Tropfen verdünnte Schwefelsäure auf 200 ccm Wasser) versetzt, bis die blaue Färbung der Lösung in eine weinrothe übergegangen ist. Darauf stellt man mit Hülfe der concentrirten Auflösung die blaue Färbung der Flüssigkeit wieder her und bewahrt die letztere bei Luftzutritt in einer mit einem Baumwollstopfen verschlossenen Flasche auf.

Behufs Herstellung von Lackmuspapier giesst man die Lackmustinctur in eine Schale und zieht Streifen feinen, ungeleimten Papieres durch die gefärbte Flüssigkeit. Man fügt derselben unter Umrühren mit einem Glasstabe äusserst verdünnte Natronlauge tropfenweise bis zur deutlichen Blaufärbung hinzu, wenn man blaues Lackmuspapier bereiten will, und versetzt mit einem oder einigen Tropfen äusserst verdünnter Schwefelsäure oder besser Phosphorsäure bis zur deutlichen Rothfärbung, wenn es sich um die Darstellung rothen Lackmuspapieres handelt. Die Streifen werden an Fäden aufgehängt und getrocknet. Sie müssen gleichmässig gefärbt sein und von wässerigen Flüssigkeiten leicht benetzt werden.

Magnesiamischung

(zur quantitativen Arsen- und Phosphorsäurebestimmung).

Man löst 60 g Chlormagnesium und 150 g Chlorammonium in ca. 400 ccm destillirten Wassers auf, setzt 250 ccm 10procentigen Ammoniaks hinzu und verdünnt auf 1 Liter. Wenn sich die Flüssigkeit nach einiger Zeit trübt, so wird sie filtrirt.

Manganchlorürlösung

(zur Bestimmung des absorbirten Sauerstoffs nach Winkler).

80 g krystallisirtes Manganchlorür ($MnCl_2 + 4\,H_2O$) werden in 100 ccm Wasser gelöst. Das Manganchlorür enthalte höchstens Spuren von Eisenoxyd. Die Lösung, auf das 20fache verdünnt, mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und mit Zinkjodidstärkelösung versetzt, werde nicht gebläut.

Das käufliche Manganchlorür ist immer eisenhaltig. Man reinigt es, indem man 200 g in 500 ccm destillirten Wassers löst, 1 bis 2 g Soda zusetzt und einige Zeit kocht. Hierbei fällt sämmtliches Eisen neben etwas Mangan als Hydrat aus. Man lässt in der Wärme absetzen, filtrirt möglichst rasch durch ein genässtes Filter, säuert das klare Filtrat sofort mit Salzsäure an und dampft in einer Porcellanschale soweit ein, bis sich die Flüssigkeit mit einer Krystallhaut überzieht. Man überlässt die Flüssigkeit bedeckt 24 Stunden der Krystallisation, saugt die Mutterlauge aus dem ausgeschiedenen Krystallbrei ab, wäscht mit wenig Wasser nach und trocknet das Salz auf unglasirten Thontellern.

Metaphenylendiaminlösung, schwefelsaure
(zur Prüfung auf salpetrige Säure).

Man löst 5 g reines, bei 63° schmelzendes Metaphenylendiamin in destillirtem Wasser, fügt sofort verdünnte Schwefelsäure bis zur deutlich sauren Reaction hinzu und füllt mit destillirtem Wasser zum Liter auf. Sollte die betreffende Lösung von vornherein gefärbt sein oder sich beim Aufbewahren gefärbt haben, so ist sie vor der Benutzung durch Erwärmen mit ausgeglühter Thierkohle zu entfärben.

Molybdänsäurelösung
(zur Prüfung auf Phosphorsäure).

Man löst 40 g käufliches, reines Ammoniummolybdat (molybdänsaures Ammoniak) in 160 ccm 10-procentiger Ammoniakflüssigkeit (von 0,9593 Volumgewicht bei 14°) und 240 ccm Wasser und giesst die Lösung unter Umrühren in 1000 ccm 20-procentiger Salpetersäure (von 1,12 Volumgewicht bei 15°). Die Lösung darf durch Erwärmen bis auf 60° nicht getrübt werden. Sie wird mit noch etwas starker Salpetersäure versetzt, wenn diese Erscheinung eintreten sollte.

Zu der quantitativen Bestimmung der Phosphorsäure verwendet man eine etwas stärkere Lösung:

40 g Ammoniummolybdat werden in 160 ccm 10-procentigem Ammoniak und 240 ccm destillirten Wassers aufgelöst und die Lösung in 600 ccm 27,5-procentige Salpetersäure unter Abkühlen eingegossen.

α-Naphtylamin-Sulfanilsäurelösung
(zur Prüfung auf salpetrige Säure).

Man löst:

1) 0,5 g Sulfanilsäure (p-Amidobenzolsulfosäure, $H_2N.C_6H_4.SO_3H + 2H_2O$) in 150 ccm einer 30-procentigen Essigsäure vom spec. Gewicht 1,041;

2) 0,1 g reines, bei 50° schmelzendes α-Naphtylamin durch Kochen mit 20 ccm destillirten Wassers. Man giesst die farblose Lösung von dem blauvioletten Rückstande ab und vermischt sie mit der Sulfanilsäurelösung.

Man füllt die α-Naphtylamin-Sulfanilsäurelösung in kleine, durch Korkstopfen gut verschlossene Fläschchen ab. Zum Schutz gegen das Eindringen von Luft überzieht man die Stopfen mit einer Schicht geschmolzenen Paraffins.

Lunge empfiehlt, die Lösung, wenn sie durch Berührung mit atmosphärischer Luft (welche stets salpetrige Säure enthält) roth geworden ist, durch Schütteln mit Zinkstaub zu entfärben. Da die Entfärbung aber ziemlich langsam vor sich geht, so ist es ebenso bequem, die Lösung von Neuem anzufertigen. Man bereite sich desshalb nie einen grösseren Vorrath an solcher und suche sie in genügender Weise gegen Luft zu schützen.

Natriumacetatlösung.

Man löst 1 Theil reines, käufliches, krystallwasserhaltiges Natriumacetat (essigsaures Natrium) in 10 Theilen destillirten Wassers.

Die Lösung darf weder durch Schwefelwasserstoff, noch durch Schwefelammonium, noch durch Baryumchlorid, noch durch Ammoniumoxalat, noch nach Zusatz von Salpetersäure durch Silbernitrat verändert werden.

Natriumcarbonat (Soda).

Man wendet fein gepulverte, reine Soda an. Die Prüfung auf Reinheit geschieht wie bei der Natriumcarbonatlösung.

Natriumcarbonatlösung (Sodalösung).

Man löst 2,7 Theile reine, krystallisirte Soda in 5 Theilen destillirten Wassers auf.

Die Lösung darf, nach dem Uebersättigen mit Salpetersäure, weder von Baryumchlorid-, noch von Silbernitratlösung getrübt werden, noch sich bei Zusatz von Kaliumsulfocyanid roth oder beim Erwärmen mit Molybdänsäurelösung gelb färben oder einen ebenso gefärbten Niederschlag liefern, und soll, mit Chlorwasserstoffsäure übersättigt und zur Trockne verdampft, beim Wiederlösen in destillirtem Wasser keinen Rückstand (Kieselsäure) hinterlassen. Die zur qualitativen oder quantitativen Prüfung auf Ammoniak dienende Sodalösung darf ferner, mit etwa dem zwanzigfachen Volum ammoniakfreien destillirten Wassers verdünnt, mit Nessler'schem Reagens nicht die geringste Färbung geben. Eine Lösung, welche dieser Anforderung nicht entspricht, lässt sich dadurch leicht von vorhandenen Spuren von Ammoniak befreien, dass man daraus etwa den fünften Theil des Lösungswassers abdestillirt und sie nachher mit ammoniakfreiem, destillirtem Wasser wieder auffüllt.

Mit Cyankalium andauernd in einer Glasröhre im Kohlensäurestrome geschmolzen, darf das Salz keine Spur eines dunklen Anfluges (Arsen) geben.

Natriumhydratlösung (Natronlauge).

1) Man wendet reine, käufliche Natronlauge von 1,13 bis 1,15 Volumgewicht und einem Gehalt von 11,5 bis 13 Procenten Natriumhydrat an. Dieselbe sei klar, farblos, möglichst frei von Kohlensäure und werde durch Ammoniumsulfidlösung nicht geschwärzt.

2) Zum Nachweis der Thonerde, wie zu den quantitativen Bestimmungen des Ammoniaks nach Frankland und Armstrong, der Oxydirbarkeit des Wassers nach Schulze und des absorbirten Sauerstoffs nach Winkler wendet man nicht diese, sondern eine Natriumhydratlösung an, welche durch Auflösen von 1 Theil reinen käuflichen Natriumhydrats (aus Natrium) in 2 Theilen Wasser erhalten worden ist.

Tabelle,

welche die Volumgewichte und die denselben entsprechenden Procente Natriumhydrat von verschieden concentrirten Natronlaugen verzeichnet.

Volumgewichte bei 15°.

(Nach Th. Gerlach.)

Volumgewicht	= Procente NaHO	Volumgewicht	= Procente NaHO	Volumgewicht	= Procente NaHO
1,070	6	1,236	21	1,395	36
1,081	7	1,247	22	1,405	37
1,092	8	1,258	23	1,415	38
1,103	9	1,269	24	1,426	39
1,115	10	1,279	25	1,437	40
1,126	11	1,290	26	1,447	41
1,137	12	1,300	27	1,457	42
1,148	13	1,310	28	1,468	43
1,159	14	1,321	29	1,478	44
1,170	15	1,332	30	1,488	45
1,181	16	1,343	31	1,499	46
1,192	17	1,353	32	1,509	47
1,202	18	1,363	33	1,519	48
1,213	19	1,374	34	1,529	49
1,225	20	1,384	35	1,540	50

Die Lösung des vollständig reinen Natriumhydrats muss, in einer Silberschale zur Trockne verdampft, einen in destillirtem

Wasser klar löslichen Rückstand liefern. Die mit etwa dem zwanzigfachen Volum reinen, destillirten Wassers verdünnte Lösung darf durch Nessler's Reagens nicht gefärbt oder gefällt werden (Ammoniak) und Chamäleonlösung auch nach dem Ansäuern mit Schwefelsäure nicht entfärben (organische Substanzen). Sie darf ferner, mit Salzsäure angesäuert und danach mit Ammoniak übersättigt, auch nach längerer Zeit keine Trübung geben (Thonerde) und muss, nach dem Ansäuern mit Salpetersäure mit Molybdänsäurelösung erwärmt, farblos und klar bleiben (Phosphorsäure).

Natriumhypochloritlösung (zur Prüfung der Arsenspiegel).

Man leitet in eine kalt gehaltene, ca. 15-procentige, verdünnte Natronlauge Chlor, bis sie nahezu damit gesättigt ist.

Die Lösung enthält Natriumchlorid neben Natriumhypochlorit (unterchlorigsaurem Natrium).

Natriumnitrat (Natronsalpeter).

Man wendet reines, käufliches, gepulvertes Natriumnitrat an.

Natriumphosphatlösung.

Man löst 1 Theil reines, käufliches Natriumphosphat (phosphorsaures Natrium) in 10 Theilen destillirten Wassers.

Die mit Ammoniak versetzte Lösung darf selbst beim Erwärmen nicht getrübt werden. Die Niederschläge, welche in der Lösung durch Baryumchlorid und Silbernitrat bewirkt werden, müssen bei Zusatz von verdünnter Salpetersäure vollständig und ohne Aufbrausen verschwinden.

Natriumsalicylat (salicylsaures Natrium).

Das in den Apotheken käufliche, reine Präparat.

Natriumthiosulfatlösung (thioschwefelsaures Natrium).

Man löst 1 Theil käufliches, reines, krystallisirtes Natriumthiosulfat, $Na_2S_2O_3 + 5H_2O$, in 8 Theilen destillirten Wassers.

Nessler's Reagens
(alkalische Quecksilberkaliumjodidlösung, zur Prüfung auf Ammoniak).

50 g Kaliumjodid werden in etwa 50 ccm heissen, destillirten Wassers gelöst und mit einer concentrirten, heissen Quecksilber-

chloridlösung versetzt, bis der dadurch gebildete rothe Niederschlag aufhört, sich wieder zu lösen; 20 bis 25 g Quecksilberchlorid sind hierzu erforderlich. Man filtrirt, vermischt mit einer Auflösung von 150 g Kaliumhydrat in 300 ccm Wasser, verdünnt auf 1 Liter, fügt noch eine kleine Menge (etwa 5 ccm) der Quecksilberchloridlösung hinzu, lässt den Niederschlag sich absetzen und decantirt. Die Lösung muss in wohlverschlossenen Flaschen aufbewahrt werden. Wenn sich nach längerem Stehen noch ein Bodensatz bildet, so hindert das die Anwendung des Nessler'schen Reagens nicht; man nimmt die zum Versuche nöthige Menge der über dem Niederschlage stehenden klaren Flüssigkeit mit einer Pipette heraus.

Paradiazobenzolsulfosäure
(zum Nachweis thierischer Auswurf- und Verwesungsstoffe).

Das käufliche, im Handel auch unter der Bezeichnung Acidum diazobenzolsulfuricum erscheinende Präparat. Es sei weiss, oder nur schwach gelb gefärbt; es werde unter Licht- und Luftabschluss aufbewahrt.

Für die Versuche halte man keine Lösung vorräthig, weil sich dieselbe bald gelb bis braun färbt, sondern stelle sich jeweils vor dem Gebrauch eine solche durch Auflösen einiger Körnchen der Säure in einem Tropfen Natronlauge her und verdünne mit einigen Cubikcentimetern destillirten Wassers.

Phenolphtaleïnlösung.

Bei dem Einstellen fixer Alkalien (Kali- oder Natronlauge, Baryt- und Kalkwasser) kann man an Stelle von Lackmustinctur als Indicator einige Tropfen einer Lösung von 1 g Phenolphtaleïn in 100 ccm Alkohol von 60 Volumprocenten anwenden. Phenolphtaleïn wird durch Säuren nicht, durch fixe Basen aber roth gefärbt. Phenolphtaleïn darf aber unter keinen Umständen zur Titration von Ammoniak oder überhaupt in Flüssigkeiten, welche Ammoniaksalze enthalten, verwendet werden, da es unter diesen Bedingungen ganz untauglich ist.

Spuren von freiem Ammoniak rufen in der wässerig-alkoholischen Lösung von Phenolphtaleïn allerdings ebenfalls eine deutliche Violettfärbung hervor. Wenn man aber z. B. 10 ccm $^1/_{10}$ normale Oxalsäure mit einigen Cubikcentimetern der gegen Lackmus völlig neutral reagirenden Lösung eines Ammoniaksalzes und

4 bis 5 Tropfen Phenolphtaleïnlösung versetzt, so tritt in Folge einer noch nicht aufgeklärten Umsetzung nach dem Hinzufügen von 10 ccm $^1/_{10}$ normaler Kalilauge durchaus keine Rothfärbung der Flüssigkeit ein, sondern es ist ein weiterer erheblicher Zusatz von Kalilauge erforderlich, um diese Erscheinung hervorzurufen. Das Phenolphtaleïn büsst also bei der Anwesenheit von Ammoniaksalzen so sehr an Empfindlichkeit ein, dass das Ergebniss der alkalimetrischen Probe um mehrere Procente gefälscht werden kann.

Platinchloridlösung.

Man löst reines, käufliches Platinchlorid in 10 Theilen destillirten Wassers.

Die Lösung soll, auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft, einen Rückstand liefern, welcher sich in Alkohol bezw. Aetheralkohol (1 Vol. Aether auf 4 Vol. Alkohol) klar löst.

Will man das Patinchlorid selbst bereiten, so übergiesst man Platinspäne, die man durch Auskochen mit Salpetersäure gereinigt hat, in einem enghalsigen Kolben mit concentrirter Salzsäure und etwas Salpetersäure, erwärmt und setzt von Zeit zu Zeit von Neuem kleine Mengen von Salpetersäure hinzu, bis alles Platin gelöst ist. Die Auflösung geht am schnellsten von statten, wenn man den Kolben mit einem durchbohrten Korke verschliesst, in die Durchbohrung eine zweifach gebogene Glasröhre schiebt und das freie Ende der letzteren einige Centimeter weit in Quecksilber eintauchen lässt. Das Platin wird auf diese Weise mit dem Königswasser unter etwas erhöhtem Drucke digerirt. Die Lösung wird unter Zusatz von Salzsäure auf dem Wasserbade bis zur Syrupsconsistenz eingedampft. Mit dem dickflüssigen Rückstande verfährt man, wie mit käuflichem Platinchlorid.

Quecksilber.

Man wendet reines Quecksilber an, welches beim Fliessen vollständig abgerundet bleibt. Das im Handel vorkommende Quecksilber enthält häufig kleine Mengen anderer Metalle als Verunreinigungen. Dieselben verursachen, dass das Quecksilber beim Laufen auf einer schwach geneigten Fläche einen Schweif zieht, welcher aus den Amalgamen der fremden Metalle mit viel Quecksilber besteht.

Man reinigt das Quecksilber[1]), indem man es aus einem Stechheber mit sehr feiner Oeffnung in eine $1^1/_4$ m hohe und 5 cm

[1]) Siehe L. Meyer, Zeitschrift für analyt. Chemie 2, 241.

weite Glasröhre fliessen lässt, welche man mit 100 ccm Salpetersäure von 1,2 Volumgewicht beschickt und mit Wasser aufgefüllt hat. Am unteren Ende dieser Röhre ist eine engere angeschmolzen, die erst 15 cm aufwärts und dann abwärts gebogen ist und durch welche das gereinigte Metall abläuft.

Man lässt dasselbe in eine dickwandige Flasche laufen, welche wenig über dem Boden mit einer Abflussvorrichtung versehen und deren obere Oeffnung mit einem Trichter verschlossen ist. Nach dem Einfüllen des Quecksilbers giesst man durch den Trichter etwas concentrirte Schwefelsäure ein, so dass das Quecksilber unter einer Schicht von concentrirter Schwefelsäure aufbewahrt und dadurch stets trocken und frei von allen Verunreinigungen gehalten wird, die bei gewöhnlicher Temperatur in die Schwefelsäure übergehen.

Quecksilberkaliumjodidlösung, alkalische.

Siehe: Nessler's Reagens, Seite 388.

Rhodanammoniumlösung.

Siehe: Ammoniumsulfocyanidlösung, Seite 376.

Rosolsäurelösung
(zur Prüfung auf freie Kohlensäure).

Man löst 1 Theil reine Rosolsäure in 500 Theilen 80-procentigen Alkohols und neutralisirt durch tropfenweises Zusetzen von Barytwasser bis zum Eintritt einer deutlichen Rothfärbung. Man bewahrt die Lösung in gut verschlossener Flasche auf.

Säuregemisch
(zur Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl).

Man trägt 200 g käufliches, pulveriges Phosphorsäureanhydrid (Phosphorpentoxyd) in soviel concentrirte, reine, ammoniakfreie Schwefelsäure ein, dass das ganze 1 Liter betrage.

Salpetersäure.

Man wendet reine, käufliche Salpetersäure von 1,2 Volumgewicht an, welche 32 bis 33 Procent Salpetersäure (HNO_3) enthält.

Die Salpetersäure muss farblos sein und darf, auf einem Platinblech verdampft, keinen Rückstand hinterlassen. Silbernitrat- und Baryumchloridlösung dürfen sie nicht trüben. Vor dem Zusatze dieser Reagentien ist die Säure stark mit destillirtem Wasser zu verdünnen, widrigenfalls salpetersaure Salze sich niederschlagen.

Tabelle,

welche die Volumgewichte und die denselben entsprechenden Procente HNO_3 von verdünnten Salpetersäuren verzeichnet.

Volumgewicht bei 15°, bezogen auf Wasser von 0°.
(Nach J. Kolb.)

Volumgewicht	= Procente HNO_3	Volumgewicht	= Procente HNO_3	Volumgewicht	= Procente HNO_3
1,045	7,22	1,211	33,86	1,312	49,00
1,067	11,41	1,218	35,00	1,317	49,97
1,077	13,00	1,225	36,00	1,323	50,99
1,089	15,00	1,237	37,95	1,346	55,00
1,105	17,47	1,244	39,00	1,374	60,00
1,120	20,00	1,251	40,00	1,400	65,07
1,138	23,00	1,257	41,00	1,429	71,24
1,157	25,71	1,264	42,00	1,442	75,00
1,166	27,00	1,274	43,53	1,463	80,96
1,172	28,00	1,284	45,00	1,478	85,00
1,179	29,00	1,295	46,64	1,495	90,00
1,185	30,00	1,298	47,18	1,514	95,27
1,192	31,00	1,304	48,00	1,530	99,84
1,198	32,00				

Salpetersäure, rauchende.

Eine klare, rothbraune Flüssigkeit vom spec. Gewicht 1,45 bis 1,50, welche an der Luft rothbraune, erstickende Dämpfe ausstösst. Auf dem Platinblech verdampft, darf sie keinen Rückstand hinterlassen; mit dem 100fachen Volum destillirten Wassers verdünnt, darf sie weder mit Silbernitrat, noch mit Chlorbaryum eine Trübung hervorrufen.

Salpetrige Säure, in Schwefelsäure gelöst (zur Bestimmung des Jods in Mineralwässern).

In einem Kölbchen wird grob gepulverte, arsenige Säure mit concentrirter Salpetersäure von 1,30 bis 1,35 spec. Gew. erwärmt und die sich entwickelnde salpetrige Säure in Schwefelsäure unter Abkühlen bis zur Sättigung eingeleitet.

Salzsäure.

Siehe: Chlorwasserstoffsäure, Seite 377.

Schwefel.

Das in den Apotheken käufliche, gelblichweisse, reine Schwefelpulver (Sulfur praecipitatum, Schwefelmilch). Es muss auf dem Platinblech verbrennen, ohne eine Spur von Rückstand zu hinterlassen.

Schwefelammoniumlösung.

Siehe: Ammoniumsulfidlösung, Seite 375.

Schwefelkohlenstoff.

Man wendet gereinigten Schwefelkohlenstoff an. Das Reinigen des Schwefelkohlenstoffs geschieht durch Schütteln desselben mit Quecksilber und vorsichtiges Abdestilliren aus dem Wasserbad, wobei selbstverständlich keine Kautschukverbindungen benutzt werden dürfen.

Schwefelsäure, concentrirte.

Man wendet käufliche, rectificirte, reine Schwefelsäure von 1,83 Volumgewicht an.

Chemisch reine Schwefelsäure muss farblos sein; sie darf sich, in einem Proberöhrchen mit farbloser Eisensulfatlösung übergossen, an der Berührungsstelle nicht dunkel färben (Salpetersäure, Untersalpetersäure); sie darf, mit 20 Theilen destillirten Wassers verdünnt, Zinkjodidstärkelösung nicht bläuen (Untersalpetersäure); sie muss mit reinem Zink und Wasser Wasserstoffgas liefern, welches beim Durchleiten durch eine glühende Glasröhre keinen Anflug von Arsen giebt; sie muss, in einem Platingefässe erhitzt, sich vollständig verflüchtigen, und, mit Weingeist vermischt, vollkommen klar bleiben (Blei, Calcium, Eisen).

Schwefelsäure, verdünnte.

Dieselbe wird bereitet, indem man 3 Volumina destillirten Wassers allmählich und unter Umrühren mit 1 Volum der obigen concentrirten, reinen Schwefelsäure versetzt.

Tabelle,

welche die Volumgewichte und die denselben entsprechenden Procente H_2SO_4 von verdünnten Schwefelsäuren verzeichnet.

Volumgewichte bei 15°, bezogen auf Wasser von 0°.
(Nach J. Kolb.)

Volumgewicht	= Procente H_2SO_4	Volumgewicht	= Procente H_2SO_4	Volumgewicht	= Procente H_2SO_4
1,037	5,8	1,200	27,1	1,370	46,9
1,075	10,8	1,210	28,4	1,383	48,3
1,083	11,9	1,220	29,6	1,397	49,8
1,091	13,0	1,231	30,9	1,410	51,2
1,100	14,1	1,241	32,2	1,424	52,6
1,108	15,2	1,252	33,4	1,438	54,0
1,116	16,2	1,263	34,7	1,453	55,4
1,125	17,3	1,274	36,0	1,498	59,6
1,134	18,5	1,285	37,4	1,563	65,5
1,142	19,6	1,297	38,8	1,615	70,0
1,152	20,8	1,308	40,2	1,671	74,7
1,162	22,1	1,320	41,6	1,732	79,9
1,171	23,3	1,332	43,0	1,796	86,5
1,180	24,5	1,345	44,4	1,842	100,0
1,190	25,8	1,357	45,6		

Schwefelwasserstoffwasser.

Man bereitet dasselbe, indem man Schwefelwasserstoffgas, mit Hülfe von verdünnter Schwefelsäure aus Schwefeleisen entwickelt, in ausgekochtes, möglichst kaltes, destillirtes Wasser leitet, bis das Gas gänzlich unabsorbirt entweicht. Ob das Wasser völlig mit Schwefelwasserstoff gesättigt ist, erkennt man am leichtesten, wenn man die Flasche mit dem Daumen verschliesst und ein wenig schüttelt. Wird alsdann ein Druck nach aussen fühlbar, so ist die Operation zu Ende, wird hingegen der Daumen nach innen gezogen, so kann das Wasser noch mehr Gas aufnehmen. Das Schwefelwasserstoffwasser muss in wohlverschlossenen Gefässen aufbewahrt werden, sonst erleidet es bald Zersetzung.

Die Lösung muss klar sein, im hohen Grade den Geruch nach Schwefelwasserstoff besitzen und mit Eisenchloridlösung einen starken Niederschlag von Schwefel geben; bei Zusatz von Am-

moniak darf sie nicht schwärzlich werden und, in einem Platingefässe verdampft, keinen Rückstand hinterlassen.

Will man an Stelle von Schwefelwasserstoffwasser Schwefelwasserstoffgas anwenden und kommt es darauf an, dass das letztere vollständig arsenfrei sei, so empfiehlt sich der folgende Kunstgriff, dessen Prof. E. Baumann in Freiburg sich nach einer privaten Mittheilung seit längerer Zeit für die Zwecke der gerichtlichen Analyse mit Vortheil bedient hat.

Man sättigt mit Schwefelwasserstoff, aus gewöhnlichem Schwefeleisen und roher Salzsäure entwickelt, Natronlauge, bringt die Lösung des erzeugten Natriumsulfhydrats in einen Kugeltrichter und lässt sie in verdünnte Schwefelsäure tropfen, wobei sich ein regelmässiger Strom reinen, arsenfreien Schwefelwasserstoffs entwickelt.

Schweflige Säure.

Man bereitet dieselbe, indem man Schwefelsäureanhydrid — aus Kupfer und concentrirter Schwefelsäure beim Erhitzen, oder durch Eintropfen käuflicher Natriumbisulfitlösung in verdünnte, erhitzte Schwefelsäure entwickelt — bis zur Sättigung in kalt gehaltenes, destillirtes Wasser leitet.

Silbernitratlösung (Höllensteinlösung).

Man löst 1 Theil käufliches, reines, geschmolzenes Silbernitrat in 20 Theilen destillirten Wassers auf.

Aus der Auflösung des Silbernitrats, deren Reaction neutral sein soll, muss durch verdünnte Salzsäure alles Feuerbeständige gefällt werden, so dass die von dem Silberchlorid abfiltrirte Flüssigkeit, auf einem Uhrglase verdampft, keinen Rückstand hinterlässt und von Schwefelwasserstoff nicht gefällt oder gefärbt wird.

Sie wird in dunkelgefärbter Flasche aufbewahrt.

Silbersulfatlösung.

Man löst 1 Theil reines, käufliches Silbersulfat in 250 Theilen destillirten Wassers. Die Lösung darf keinerlei Reaction auf Salpetersäure oder salpetrige Säure geben.

Sie wird in dunkelgefärbter Flasche aufbewahrt.

Stärkelösung.

Siehe: Zinkjodidstärkelösung, Seite 397.

Wasser, destillirtes.

Man destillirt möglichst reines, natürliches Wasser aus wohlgereinigten Kupfer- oder Glasgefässen zu drei Viertheilen ab und wendet zur Condensation der Wasserdämpfe ein Kühlrohr von reinem Zinn oder einen Liebig'schen Glaskühler an.

Will man in jedem Falle ein von Ammoniak und salpetriger Säure vollständig freies destillirtes Wasser gewinnen, so vermische man das zu destillirende Wasser mit 2 Procent einer concentrirten Lösung von Kaliumpermanganat und lasse das Gemisch 24 Stunden stehen. Man destillirt, versetzt das Destillat mit einer geringen Menge von Kaliumhydrosulfatlösung (Lösung von saurem, schwefelsaurem Kalium) und destillirt von Neuem, indem man die zuerst übergehenden Antheile des zweiten Destillates verwirft.

Wenn ein Apparat zur Verfügung steht, bei welchem die Wasserdämpfe durch Luftkühlung etc. zuerst unvollständig condensirt werden und danach erst zur weiteren Condensation in die Kühlschlange eintreten, so ist ein von Ammoniak und salpetriger Säure völlig freies destillirtes Wasser leicht zu gewinnen, wenn man das in dem Luftcondensationsapparat verdichtete, noch heisse Wasser abzieht und wohlbedeckt an einem vor Ammoniakdämpfen geschützten Orte erkalten lässt.

Bei der Destillation des Wassers kommt Alles darauf an, dass die anzuwendenden Apparate rein sind und dass das zu destillirende Wasser kein Ammoniak und keine organischen Substanzen enthält.

Ein continuirlicher Destillirapparat, wie er in den meisten grösseren Laboratorien im Gebrauche ist, liefert, sofern er mit gutem Wasser beschickt wird, fast immer völlig reines, destillirtes Wasser.

Bei dem im ersten chemischen Laboratorium der Universität Berlin angewandten Destillirapparat, welcher mit Berliner Leitungswasser gespeist wird, umspülen die heissen Wasserdämpfe ein System von Wasserbädern, werden dort theilweise verdichtet und treten danach erst in die Kühlschlange ein. Das zuerst condensirte, heiss abgezogene und erkaltete Wasser erwies sich in allen Fällen frei von Ammoniak; das in der Schlange verdichtete Wasser war bis auf kaum nachweisbare Spuren ebenfalls frei von diesen Verbindungen. Als man jedoch einmal absichtlich eine geringe Menge Ammoniak in die Destillirblase gebracht hatte, konnte in dem in der Schlange verdichteten Wasser länger als vier Wochen deutlich Ammoniak nachgewiesen werden; das zwischen den Wasserbädern

condensirte Wasser war dagegen am zweiten Tage vollständig frei von demselben. Es ist dies ein Beweis, mit wie grosser Hartnäckigkeit die Gefässe Spuren von Ammoniak zurückhalten und wie sehr gerade heisse Wasserdämpfe geeignet sind, das destillirte Wasser von den letzten Spuren flüchtiger Verbindungen zu befreien.

Reines, destillirtes Wasser muss farblos, geruchlos und geschmacklos sein, darf, in einem Platingefässe verdampft, nicht den geringsten Rückstand hinterlassen, mit Zinkjodidstärkelösung und verdünnter Schwefelsäure versetzt, nicht die geringste Bläuung (salpetrige Säure) und, mit Nessler's Reagens vermischt, keine Gelbfärbung (Ammoniak) geben.

Weinsäurelösung (zur Prüfung auf Kalium).

Man löst 1 Theil reine, käufliche, beim Glühen ohne Hinterlassung eines mineralischen Rückstandes verbrennende Weinsäure in 4 Theilen destillirten Wassers.

Die Lösung zersetzt sich bei längerem Aufbewahren in Folge von Schimmelbildung, wesshalb sie von Zeit zu Zeit frisch bereitet werden muss.

Zink.

Man wendet zum Beschicken der Wasserstoffentwickelungsapparate Stückchen von Zinkblech an, welche man durch Abwaschen und Behandeln mit verdünnter Salzsäure von äusseren Verunreinigungen befreit hat.

Soll das Zink zur Anstellung der Seite 59 und 60 erläuterten Arsenprobe verwendet werden, so muss es völlig rein und namentlich frei von jeder Spur von Arsen sein. Die Prüfung auf Arsen wird in dem daselbst beschriebenen Apparat von Marsh ausgeführt.

Zinkjodidstärkelösung.

Man zerreibt 4 g Stärkemehl in einem Porcellanmörser mit wenig Wasser und fügt die dadurch entstandene milchige Flüssigkeit unter Umrühren nach und nach zu einer zum Sieden erhitzten Lösung von 20 g käuflichen, reinen Zinkchlorids in 100 ccm destillirten Wassers. Man setzt das Erhitzen unter Ergänzung des verdampfenden Wassers fort, bis die Stärke möglichst gelöst und die Flüssigkeit fast klar geworden ist. Man verdünnt mit destillirtem Wasser, setzt 2 g käufliches, reines und trockenes Zinkjodid hinzu, füllt zum Liter auf und filtrirt. Die Filtration geht langsam von statten, aber man erhält eine klare Flüssigkeit, welche, in einer gut verschlossenen Flasche im Dunklen aufbewahrt, farblos bleibt.

Die Lösung, mit dem fünfzigfachen Volum destillirten Wassers verdünnt, darf sich bei dem Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure durchaus nicht blau färben.

B. Titrirte Lösungen, zum Gebrauch bei den quantitativen Bestimmungen einzelner Bestandtheile der Wässer.

Baryumchloridlösung, $^1/_{10}$ normale.

Man löst 12,2 g reines, trockenes, krystallisirtes Baryumchlorid ($BaCl_2 + 2H_2O$) in destillirtem Wasser und verdünnt zu 1 Liter.

Chamäleonlösungen.

Siehe: Kaliumpermanganatlösungen, Seite 401.

Eisenoxydullösung, $^1/_{100}$ normale.

Man löst 3,92 g reines, trockenes, krystallisirtes Eisenammoniumsulfat [$FeSO_4 (NH_4)_2 SO_4 + 6H_2O$, Mohr'sches Salz] in 1 Liter ausgekochten und wieder erkalteten destillirten Wassers.

Indigolösung, titrirte, (zur Bestimmung der Salpetersäure nach Marx-Trommsdorff).

Man trägt 1 Theil reines, fein zerriebenes, käufliches Indigblau (Indigotin) unter stetem Umrühren langsam und in kleinen Portionen in 6 Theile rauchende Schwefelsäure ein. Die Säure färbt sich dadurch sofort tief blau. Erhebliche Erwärmung ist zu vermeiden, weil dadurch ein Theil des Indigblaues zerstört wird. Es empfiehlt sich, etwas reine concentrirte Schwefelsäure hinzuzufügen und das Mischgefäss durch Einstellen in kaltes Wasser abzukühlen, sobald die Reaction heftig wird. Wenn alles Indigblau eingetragen worden ist, bedeckt man das Gefäss, lässt kurze Zeit absetzen, giesst die blaue Flüssigkeit in die vierzigfache Menge destillirten Wassers, mischt, filtrirt und verdünnt so weit mit destillirtem Wasser, dass dieselbe anfängt, in 12 bis 15 mm dicken Schichten durchsichtig zu werden. Darauf vermischt man genau 1 ccm der hierunter stehenden Kaliumnitratlösung mit 24 ccm destillirten Wassers, versetzt das Gemisch schnell mit 50 ccm reiner

concentrirter Schwefelsäure und ermittelt in der bei der Methode von Marx-Trommsdorff beschriebenen Weise die Anzahl Cubikcentimeter Indigolösung, welche erforderlich ist, um der heissen Flüssigkeit eine grünlichblaue Färbung zu ertheilen. Man wiederholt den Versuch mit Gemischen aus 2 ccm der Salpeterlösung und 23 ccm Wasser, wie aus 3 ccm der Salpeterlösung und 22 ccm Wasser; man muss dabei genau die doppelte und dreifache Menge Indigolösung verbrauchen. Man wählt eine solche Concentration, dass 6 bis 8 ccm der Indigolösung 1 mg Salpetersäure (N_2N_5) entsprechen.

Die zum Einstellen der Indigolösung erforderliche Kaliumnitratlösung wird hergestellt, indem man 1,871 g reines, trockenes Kaliumnitrat (Salpeter) in 1 Liter destillirten Wassers löst; 1 ccm dieser Lösung enthält 1 mg Salpetersäure (N_2O_5).

Jodlösung, $^1/_{100}$ normale.

Man trocknet käufliches, reines, sublimirtes Jod längere Zeit im Exsiccator über Schwefelsäure. Enthält dasselbe Chlor, so muss es vorher nochmals sublimirt werden. Man vermischt es zu diesem Zwecke mit einem Viertel seines Gewichtes Kaliumjodid und führt die Sublimation zwischen zwei grossen Uhrgläsern aus, von denen man das untere auf eine heisse Eisenplatte stellt.

Man bringt 1,27 g reines, trockenes Jod in eine Literflasche, fügt eine Lösung von 2 g reinem Kaliumjodid in 20 ccm Wasser hinzu und verdünnt mit destillirtem Wasser zum Liter, sobald sich alles Jod gelöst hat. Das Jodkalium muss vollkommen frei von Jodsäure sein; es darf, in Wasser unter Zusatz von etwas verdünnter Schwefelsäure gelöst, mit Stärkelösung keine Blaufärbung geben.

Kalilauge, normale.

Man löst 65 bis 70 g käufliches, von Kohlensäure möglichst freies, gereinigtes Kaliumhydrat oder 230 g (175 ccm) kohlensäurefreie Kalilauge von 1,3 bis 1,35 Volumgewicht, welche 31 bis 34 Procent Kaliumhydrat enthält, in 1 Liter destillirten Wassers und füllt mit dieser Lösung eine Bürette. Man misst alsdann mit Hülfe einer Bürette oder Pipette 10 ccm der normalen Oxalsäure ab, bringt dieselben in ein Becherglas, fügt 60 bis 80 ccm destillirten Wassers und einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung hinzu und lässt unter stetem Umrühren aus der Bürette Kalilauge, zuletzt vorsichtig und tropfenweise, hinzufliessen, bis ein Tropfen derselben die Flüssigkeit im Becherglase eben dauernd röthet. Man gebraucht dazu von der

obigen Kalilauge etwas weniger als 10 ccm. Wenn z. B. 9,5 ccm verbraucht worden sind, so verdünnt man im Mischcylinder 950 ccm der Kalilauge genau zu 1 Liter, damit sie normal werde. Man überzeugt sich alsdann durch einen zweiten, in derselben Weise ausgeführten Versuch, ob 10 ccm der normalen, mit Lackmustinctur versetzten Oxalsäure von 10 ccm der eingestellten Kalilauge genau neutralisirt, d. h. durch den letzten einfallenden Tropfen der Kalilauge roth gefärbt werden. Sollte das nicht sofort der Fall sein, so fügt man je nach dem Ausfall des letzten Versuches so lange wenig Wasser oder concentrirtere Kalilauge hinzu, bis die Kalilauge in der soeben präcisirten Weise genau auf die normale Oxalsäure einsteht.

$^1/_{10}$ und $^1/_{20}$ normale Kalilauge

erhält man durch Verdünnen der normalen Kalilauge auf das 10- bezw. 20-fache Volum. Der Titer dieser Lösungen wird mit $^1/_{10}$ bezw. $^1/_{20}$ normaler Oxalsäurelösung unter Benutzung von Phenolphtaleïnlösung als Indicator genau festgestellt.

Man kann mit Hülfe dieser Lösungen nach dem oben erläuterten Princip die zu alkalimetrischen Bestimmungen erforderlichen $^1/_1$, $^1/_{10}$, $^1/_{20}$ normalen Schwefelsäuren (Salzsäuren) einstellen, indem man von wässerigen Lösungen dieser Säuren ausgeht, deren Gehalt den der $^1/_1$, $^1/_{10}$, $^1/_{20}$ normalen Säuren noch etwas übertrifft.

Das käufliche Aetzkali enthält meist etwas Eisen, welches sich aus der Lauge nach einiger Zeit abscheidet. Man giesst alsdann die Lauge von dem Niederschlage ab und bewahrt sie in mit Kork- oder Gummistopfen gut verschlossenen Gefässen auf.

Kaliumchromatlösung, $^1/_{10}$ normale
(zur maassanalytischen Bestimmung der Schwefelsäure nach Wildenstein, Seite 218).

Man stellt sich zunächst durch wiederholtes Umkrystallisiren aus käuflichem, doppeltchromsaurem Kalium ein völlig schwefelsäurefreies Salz dar.

7,365 g reines, trockenes Kaliumbichromat werden in einer Literflasche in etwa 100 ccm destillirten Wassers gelöst. Dazu fügt man tropfenweise so viel reine Ammoniakflüssigkeit, bis die rothe Farbe der Lösung in eine rein gelbe übergegangen und also neutrales Ammonium-Kaliumchromat entstanden ist. Man füllt alsdann die Literflasche genau bis zur Marke mit destillirtem Wasser auf.

Wenn man gleiche Raumtheile dieser Lösung und der $^1/_{10}$ normalen Baryumchloridlösung vermischt, so darf die Flüssigkeit nach dem Absetzen des Niederschlages nicht gefärbt erscheinen und, klar abgegossen, auf Zusatz verdünnter Schwefelsäure nicht getrübt werden, d. h. weder von dem Ammonium-Kaliumchromat, noch von dem Baryumchlorid einen Ueberschuss enthalten.

Kaliumpermanganatlösungen, titrirte.

Die Chamäleonlösungen ändern in Folge langsam fortschreitender Zersetzung des Kaliumpermanganats ihren Titer fortwährend. Man stellt sich desshalb Lösungen von empirischem Gehalt an Kaliumpermanganat her, deren Titer man mit normalen Oxalsäure- oder Eisenoxydulsalzlösungen einstellt und von Zeit zu Zeit controlirt.

Für die mit Hülfe von Kaliumpermanganat auszuführenden Bestimmungen dieses Buches sind Lösungen erforderlich, welche annähernd mit $^1/_{10}$ und $^1/_{100}$ normalen Kaliumpermanganatlösungen übereinstimmen.

a) Kaliumpermanganatlösung, gegen $^1/_{10}$ normale Oxalsäurelösung eingestellt
(zum Bestimmen des Kalkes nach Mohr).

Man löst 3,2 bis 3,5 g reines, käufliches, krystallisirtes Kaliumpermanganat in 1 Liter destillirten Wassers.

Zur Feststellung des Titers dieser Lösung lässt man 25 ccm der $^1/_{10}$ normalen Oxalsäurelösung aus einer Bürette in eine etwa $^1/_2$ Liter fassende Kochflasche fliessen, fügt etwa 200 ccm destillirten Wassers und 10 ccm reine, concentrirte Schwefelsäure hinzu, erwärmt das Gemisch auf 60 bis 70° C. und setzt aus einer Blase- oder Glashahnbürette so lange von der Chamäleonlösung hinzu, bis schwache Röthung eintritt.

Die verbrauchten Cubikcentimeter Chamäleonlösung bemerkt man auf der Flasche; sie entsprechen $25 \times 2{,}8 = 70$ mg Kalk.

b) Kaliumpermanganatlösung, gegen $^1/_{100}$ normale Oxalsäurelösung eingestellt
(zur Bestimmung der salpetrigen Säure nach Feldhaus-Kubel und der Oxydirbarkeit des Wassers nach Kubel und nach Schulze).

Man verdünnt obige Lösung (unter a) auf das Zehnfache, oder man löst 0,32 bis 0,35 g reines, krystallisirtes, käufliches Kaliumpermanganat in 1 Liter Wasser.

Zur Feststellung des Titers dieser Lösung werden 100 ccm reines destillirtes Wasser in einem etwa 300 ccm fassenden Kolben mit weitem Halse mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure versetzt und zum Sieden erhitzt. Darauf lässt man aus einer Chamäleonbürette 3 bis 4 ccm der verdünnten Chamäleonlösung hinzufliessen, kocht 10 Minuten, entfernt vom Feuer und fügt aus einer Bürette 10 ccm der $^1/_{100}$ normalen Oxalsäurelösung hinzu. Schliesslich wird die farblos gewordene Flüssigkeit mit der verdünnten Chamäleonlösung bis zur schwachen Röthung versetzt. Die verbrauchten Cubikcentimeter entsprechen 0,0063 g Oxalsäure, welche sich in 10 ccm der $^1/_{100}$ normalen Oxalsäurelösung gelöst befinden, und enthalten genau 0,00316 g Kaliumpermanganat oder 0,0008 g für die Oxydation verfügbaren Sauerstoffs, welche zu der Umwandlung der obigen 0,0063 g Oxalsäure in Kohlensäure, oder von 0,0019 g salpetriger Säure zu Salpetersäure erforderlich sind.

Wenn reines Eisenammonsulfat (Mohr'sches Salz) zur Verfügung steht, so kann man die Einstellung auch mit einer $^1/_{100}$ normalen Eisenoxydullösung bewerkstelligen.

40 ccm der Seite 398 aufgeführten Eisenammonsulfatlösung werden mit destillirtem Wasser zu etwa 100 ccm verdünnt, mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure angesäuert und schliesslich mit der obigen Chamäleonlösung bis zur schwachen Röthung versetzt. Es ist zweckmässig, den Titer der Chamäleonlösung so zu stellen, dass 40 ccm derselben genau 40 ccm der $^1/_{100}$ normalen Eisenammoniumsulfatlösung entsprechen. 1 ccm Chamäleonlösung zeigt in diesem Falle 0,19 mg salpetrige Säure an. Im anderen Falle dividirt man 1,9 durch die Anzahl Cubikcentimeter Chamäleonlösung, welche 10 ccm der $^1/_{100}$ normalen Eisenlösung entsprechen, um die Milligramme salpetrige Säure zu erfahren, welche durch 1 ccm der Chamäleonlösung angezeigt werden.

Wenn der Wirkungswerth der Chamäleonlösung mit Hülfe von Oxalsäure festgestellt worden ist, braucht man zu dem Verfahren von Feldhaus-Kubel nicht mehr eine genau einstehende $^1/_{100}$ normale Ferrosalzlösung, sondern kann sich eine geeignete Ferrosalzlösung durch Auflösen von 2,6 bis 3 g käuflichen Eisenvitriols in 1 Liter mit etwas verdünnter Schwefelsäure angesäuerten destillirten Wassers bereiten. Man stellt durch einen besonderen Versuch fest, wie viel Cubikcentimeter der obigen Chamäleonlösung 10 ccm dieser Ferrosalzlösung entsprechen.

Natriumthiosulfatlösung, $^1/_{100}$ normale.

Man löst 2,48 g durch wiederholtes Umkrystallisiren gereinigtes, gut getrocknetes Natriumthiosulfat[1]) ($Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O$) in destillirtem Wasser und verdünnt zum Liter.

Man prüft die Richtigkeit der Lösung, indem man sie gegen die $^1/_{100}$ normale Jodlösung (Seite 399) einstellt. 10 ccm der $^1/_{100}$ normalen Jodlösung, mit Wasser verdünnt und mit etwas Stärkelösung versetzt, erfordern genau 10 ccm der Natriumthiosulfatlösung, wenn dieselbe thatsächlich $^1/_{100}$ normal ist.

Man bewahre die Lösung an einem kühlen Ort, vor Licht geschützt, auf. Da sich ihr Titer mit der Zeit ändert, so controlire man denselben von Zeit zu Zeit durch Einstellen der Lösung gegen die erwähnte Jodlösung.

Nitritlösung, titrirte
(zur Bestimmung der salpetrigen Säure nach Trommsdorff und Preusse und Tiemann).

Man löst etwa 2,3 g käufliches Kaliumnitrit in 1 Liter destillirten Wassers und ermittelt den Gehalt dieser Lösung an salpetriger Säure mit Hülfe der Feldhaus-Kubel'schen Methode. Man wendet zum Versuche 5 bis 10 ccm an. Aus dem Resultate berechnet man, eine wie starke Verdünnung erforderlich ist, um eine Lösung von einem Gehalt von 0,01 mg salpetriger Säure (N_2O_3) in 1 ccm zu erhalten. Die verdünnte Lösung wird natürlich nochmals geprüft.

Eine genaue Ermittelung des Gehaltes der Lösung an salpetriger Säure geschieht auch in folgender Weise[2]).

Man giebt in einen Kolben eine abgemessene Menge Kaliumpermanganatlösung, deren Titer mittelst $^1/_{10}$ normaler Oxalsäurelösung genau festgestellt worden ist, verdünnt mit destillirtem Wasser auf etwa das Fünffache, säuert mit einigen Cubikcentimetern verdünnter Schwefelsäure an, erwärmt auf ca. 40° und lässt aus einer Bürette von der Lösung der salpetrigen Säure so viel zufliessen, bis eben Entfärbung eintritt. Man berechnet aus dem Ergebniss, wie weit verdünnt werden muss, damit 1 ccm der Nitritlösung 0,01 mg salpetrige Säure (N_2O_3) enthalte, wobei man sich erinnert, dass 1 ccm $^1/_{10}$ normaler Chamäleonlösung 0,0019 g salpetriger Säure (N_2O_3) zu Salpetersäure oxydirt.

---

[1]) Das im Handel unter dem Namen „Natriumhyposulfit" oder „unterschwefligsaures Natrium" bekannte Salz.

[2]) Lunge, Zeitschr. f. angew. Chemie.

Man kann ferner auf folgende Art eine Nitritlösung von dem gewünschten Gehalte an salpetriger Säure herstellen:

Man versetzt eine concentrirte Lösung von käuflichem Kaliumnitrit (salpetrigsaurem Kalium) mit Silbernitratlösung, filtrirt das ausgefällte Silbernitrit ab und wäscht es auf dem Filter mit wenig kaltem, destillirtem Wasser. Man löst die Verbindung darauf in einer möglichst geringen Menge kochenden destillirten Wassers, stellt die Lösung zum Krystallisiren bei Seite, giesst sie später von den ausgeschiedenen Krystallen ab und trocknet die letzteren durch Auspressen zwischen Fliesspapier.

0,406 g reines, trockenes Silbernitrit werden in heissem, destillirtem Wasser gelöst und durch reine Kalium- oder Natriumchloridlösung zersetzt. Nach dem Erkalten füllt man die Flüssigkeit, ohne von dem ausgeschiedenen Silberchlorid abzufiltriren, mit salpetrigsäurefreiem, destillirtem Wasser zum Liter auf. Sobald der Niederschlag sich abgesetzt hat, verdünnt man 100 ccm der darüberstehenden klaren Flüssigkeit abermals zu 1 Liter und verwendet diese Lösung zu den Versuchen; 1 ccm derselben enthält 0,01 mg salpetrige Säure (N_2O_3).

Der Titer einer solchen Lösung hält sich lange Zeit unverändert, wenn man Sorge trägt, sie im Dunklen aufzubewahren.

Oxalsäurelösungen, normale.

Sowohl für die Herstellung der bei alkalimetrischen, als auch bei oxydimetrischen Bestimmungsmethoden nothwendigen Lösungen geht man häufig von der Normallösung der reinen, krystallisirten Oxalsäure ($C_2H_2O_4 + 2H_2O$) als Urlösung aus.

Darstellung reiner Oxalsäure.

Die Oxalsäure des Handels ist gewöhnlich mit den primären Oxalaten der Alkalimetalle verunreinigt. Die primären Oxalate der Alkalimetalle sind in Wasser schwerer löslich als freie Oxalsäure. Man entfernt aus der käuflichen Oxalsäure die soeben erwähnten Verunreinigungen, indem man bei dem Umkrystallisiren aus heissem Wasser einen Theil des zu reinigenden Präparates ungelöst lässt und ausserdem die zuerst fallende Krystallisation verwirft. Häufig enthält die käufliche Oxalsäure auch geringe Mengen anderer mineralischer Verunreinigungen, welche in den letzten Mutterlaugen zurückbleiben. Bei der Darstellung reiner Oxalsäure empfiehlt es sich daher, auch die letzten Mutterlaugen zu verwerfen und nur die mittleren Krystallisationen aufzusammeln. Reine Oxalsäure darf, auf Platinblech erhitzt, keinen glühbeständigen Rückstand hinterlassen. Sobald

die gereinigte Säure dieser Anforderung entspricht, wird sie nochmals aus wenig siedendem Wasser umkrystallisirt. Um feine Krystalle, welche Mutterlauge nicht einschliessen, zu erhalten, rührt man in diesem Falle die erkaltende Lösung fleissig mit einem Glasstabe um. Das gewonnene Krystallpulver wird in einer Centrifugalmaschine oder, eingebunden in reine, von der Appretur befreite Leinwand, an einem längeren Bindfaden mit der Hand ausgeschleudert und schliesslich zwischen Filtrirpapier gepresst, bis die Krystalle dieses nicht mehr befeuchten und daran durchaus nicht mehr haften bleiben.

a) Normale Oxalsäurelösung.

Man löst 63 g der reinen, auf die soeben angegebene Weise getrockneten Oxalsäure ($C_2H_2O_4 + 2H_2O$) in destillirtem Wasser und verdünnt auf 1 Liter.

b) $^1/_{10}$ normale Oxalsäurelösung
(zur Bestimmung des Kalkes nach Mohr, Seite 100).

Man verdünnt 100 ccm der Normaloxalsäurelösung auf 1 Liter oder man löst 6,3 g der reinen, trockenen Säure zu 1 Liter.

1 ccm dieser Lösung fällt 2,8 mg Kalk.

c) $^1/_{100}$ normale Oxalsäurelösung
(zum Einstellen der etwa $^1/_{100}$ normalen Chamäleonlösung bei der Bestimmung der salpetrigen Säure nach Feldhaus-Kubel und der Bestimmung der Oxydirbarkeit des Wassers nach Kubel und nach Schulze).

Man verdünnt 10 ccm der Normaloxalsäurelösung auf 1 Liter, oder man löst 0,63 g der reinen, trockenen Säure zu 1 Liter.

Rhodanammoniumlösung, $^1/_{10}$ normale
(zur maassanalytischen Bestimmung des Chlors nach Volhard).

Man löst ca. 8 g reines, trockenes, käufliches Rhodanammonium in 1 Liter destillirten Wassers und stellt diese Lösung genau auf die $^1/_{10}$ normale Silbernitratlösung ein. Man füllt zu dem Ende eine Bürette mit der obigen Rhodanammoniumlösung, bringt 10 ccm der $^1/_{10}$ normalen Silbernitratlösung in ein Becherglas, fügt 40 ccm destillirten Wassers, mindestens 5 Tropfen einer kalt gesättigten, chlorfreien Eisenalaunlösung und so viel concentrirte, reine, von salpetriger Säure freie Salpetersäure hinzu, dass die Farbe des Eisenoxydsalzes soeben veschwindet. Alsdann lässt man so lange Rhodanammoniumlösung hinzufliessen, bis die über dem ausgeschiedenen Rhodansilber stehende Flüssigkeit eine lichtgelb bräunliche Farbe

annimmt, welche sich bei ruhigem Stehen etwa zehn Minuten lang unverändert hält. Gesetzt, man hätte hierzu 9,4 ccm der Rhodanammoniumlösung gebraucht, so würden 940 ccm derselben behufs Einstellung auf die $^1/_{10}$ normale Silberlösung im Mischcylinder mit destillirtem Wasser auf 1000 ccm zu verdünnen sein. Mit der auf die angegebene Weise eingestellten Rhodanammoniumlösung wiederholt man die obige Prüfung, um zu ermitteln, ob sie genau $^1/_{10}$ normal ist.

Schwefelleberlösung, titrirte
(zur Bestimmung des Ammoniaks nach Fleck, Seite 119).

In einem bedeckten Porcellantiegel werden 10 g einer Mischung aus gleichen Theilen trockenen Natriumcarbonats (reiner calcinirter Soda) und Kaliumcarbonats mit 4 g Schwefelpulver bis zum ruhigen Fliessen geschmolzen. Man löst die erkaltete Masse in destillirtem Wasser, setzt 10 g trockenes Natriumhydrat hinzu, füllt das Ganze zum Liter auf, schüttelt um, lässt absetzen und filtrirt. Die klare, hochgelb gefärbte Lösung wird in gut verstöpselten Flaschen aufbewahrt.

Um den Wirkungswerth derselben festzustellen, bereitet man sich zunächst eine Quecksilberlösung von bestimmtem Gehalt. Man löst zu diesem Zwecke 9 bis 10 g reines, trockenes Quecksilberchlorid (Sublimat) in 1 Liter destillirten Wassers; 1,355 Theile Quecksilberchlorid entsprechen 1 Theil Quecksilber.

Man vermischt 10 oder 20 ccm dieser Lösung mit 8 bis 16 ccm Natriumthiosulfatlösung (1 : 8) und 10 bis 20 ccm destillirten Wassers und lässt zu dem Gemische aus einer Bürette unter Umrühren so lange von der Schwefelleberlösung hinzufliessen, bis ein Tropfen der Versuchsflüssigkeit, auf Bleipapier gebracht, einen bräunlichen Ring erzeugt. Der Versuch wird mehrere Male wiederholt; man verfährt dabei genau, wie dies bei der Methode von Fleck beschrieben worden ist.

Die verbrauchten Cubikcentimeter der Schwefelleberlösung entsprechen dem in 10 oder 20 ccm der Quecksilberlösung enthaltenen Quecksilber.

Schwefelsäure, normale
(zur Herstellung der „Probeflüssigkeiten“ bei der Bestimmung der Salpetersäure aus dem Wasserstoffdeficit nach Ulsch).

200 g verdünnte Schwefelsäure vom spec. Gewicht 1,19 werden mit 700 ccm destillirten Wassers verdünnt und mit Hülfe der

normalen Kalilauge der Titer dieser Lösung bestimmt. Aus dem Resultat berechnet man nach dem bei der Einstellung der normalen Kalilauge (Seite 399) erläuterten Princip, wie viel Wasser noch zugesetzt werden muss, damit die Schwefelsäure „normal“ sei.

$^1/_5$, $^1/_{10}$ und $^1/_{20}$ normale Schwefelsäure.

Durch Verdünnen der normalen Schwefelsäure auf das fünf-, bezw. zehn- und zwanzigfache Volum mit destillirtem Wasser gewinnt man die $^1/_5$ bezw. $^1/_{10}$ und $^1/_{20}$ normalen Säurelösungen. Man controlirt den Titer dieser Säuren mit $^1/_{10}$ oder $^1/_{20}$ normalen Kalilaugen, deren Wirkungswerth mit den entsprechenden Oxalsäurelösungen genau festgestellt worden ist.

Seifelösungen, titrirte
(zu den Bestimmungen der Härte der Wässer).

Die Seifelösungen stellt man aus einer folgendermaassen bereiteten Kaliseife her:

150 Theile Bleipflaster werden auf dem Wasserbade erweicht und mit 40 Theilen reinen Kaliumcarbonats verrieben, bis eine völlig gleichförmige Masse entstanden ist. Man zieht dieselbe mit starkem Alkohol aus, lässt absetzen, filtrirt die Flüssigkeit, wenn sie nicht vollständig klar ist, destillirt aus dem Filtrat den Alkohol ab und trocknet die zurückbleibende Seife im Wasserbade.

1. Methode von Clark (Seite 89).

Bereitung der titrirten Seifelösung.

20 Theile der obigen Kaliseife werden in 1000 Theilen verdünnten Alkohols von 56 Volumprocenten gelöst.

Darauf bringt man 100 ccm der hierunter aufgeführten Baryumchlorid- oder Baryumnitratlösung in das bei der Methode von Clark beschriebene Stöpselglas und lässt aus einer Bürette so lange von der obigen Seifelösung hinzufliessen, bis der charakteristische Schaum entsteht; man wird dazu weniger als 45 ccm Seifelösung gebrauchen. Die zu concentrirte Seifelösung wird mit Alkohol von 56 Volumprocenten verdünnt, bis von der Seifelösung genau 45 ccm erforderlich sind, um in 100 ccm der Baryumnitrat- oder der Baryumchloridlösung die Schaumbildung hervorzurufen.

Angenommen, es seien 15 ccm der zu concentrirten Seifelösung zur Schaumbildung nöthig gewesen, so werden 15 Raumtheile derselben mit 30 Raumtheilen Alkohol von 56 Volumprocenten verdünnt, was mit Hülfe eines Mischcylinders leicht geschehen kann.

Selbstverständlich wird die verdünnte Seifelösung nochmals geprüft und je nach dem Ausfalle dieser Prüfung mit noch etwas Alkohol oder concentrirter Seifelösung versetzt, bis 45 ccm der Seifelösung genau 100 ccm der obigen Baryumnitrat- oder Baryumchloridlösung entsprechen.

Baryumnitrat- oder Baryumchloridlösung zum Einstellen der Seifelösung,

Man löst 0,559 g bei 100° C. getrocknetes, reines Baryumnitrat [$Ba(NO_3)_2$] oder 0,523 g reines, trockenes Baryumchlorid ($BaCl_2 + 2H_2O$) in destillirtem Wasser und füllt genau bis zum Liter auf; 100 ccm dieser Lösungen enthalten die 12 mg Kalk oder 12 deutschen Härtegraden äquivalente Menge Baryum.

2. Methode von Boutron und Boudet (Seite 93).

Bereitung der titrirten Seifelösung.

Man löst 10 Theile der obigen Kaliseife in 260 Theilen Alkohol von 56 Volumprocenten, filtrirt die Lösung, wenn nöthig, noch heiss, lässt erkalten und füllt damit das Hydrotimeter bis zum Theilstriche über 0 an. Darauf bringt man 40 ccm der hierunter beschriebenen Baryumnitratlösung in das bei der Methode von Boutron und Boudet beschriebene Stöpselglas und setzt von der Seifelösung bis zur Schaumbildung hinzu. Werden hierzu weniger als 22 auf dem Hydrotimeter verzeichnete Grade gebraucht, so ist die zu concentrirte Seifelösung mit Alkohol von 56 Volumprocenten zu verdünnen, bis genau 22° der Seifelösung 40 ccm der obigen Baryumnitratlösung entsprechen.

Eine so concentrirte Seifelösung setzt im Winter zuweilen Flocken ab. Dieselben lösen sich leicht, wenn man die zugestöpselte Flasche in warmes Wasser stellt; der Titer der Lösung wird dadurch nicht verändert.

Baryumnitratlösung zum Einstellen der Seifelösung.

Man löst 0,574 g reines, bei 100° C. getrocknetes Baryumnitrat in destillirtem Wasser und füllt genau bis zum Liter auf. 100 ccm dieser Lösung enthalten so viel Baryum, wie 22 mg Calciumcarbonat entspricht, und in 40 ccm derselben Lösung befindet sich die 8,8 mg Calciumcarbonat äquivalente Menge Baryum; die Lösung zeigt also eine Härte von 22 französischen Graden.

3. Methode von Wilson (Seite 95).

Bereitung der titrirten Seifelösung.

20 Theile der obigen Kaliseife werden, wie bei der Methode von Clark, in 1000 Theilen verdünnten Alkohols von 56 Volumprocenten gelöst. Darauf bringt man 100 ccm der hierunter stehenden Calciumchloridlösung in das bei der Methode von Clark beschriebene Stöpselglas, fügt 4 ccm einer kalt gesättigten Natriumcarbonatlösung hinzu und lässt aus einer Bürette so lange von der obigen Seifelösung hinzufliessen, bis der charakteristische Schaum erscheint; man wird hierzu weniger als 36 ccm der concentrirten Seifelösung gebrauchen. Man verdünnt die letztere in der für die Methode von Clark beschriebenen Weise mit Alkohol von 56 Volumprocenten, bis genau 36 ccm Seifelösung 100 ccm der obigen Calciumchloridlösung entsprechen.

Calciumchloridlösung zum Einstellen der Seifelösung.

Man löst 0,215 g reinen, gepulverten Kalkspath in verdünnter Salzsäure, verdampft die Lösung auf dem Wasserbade bis zur staubigen Trockne, nimmt den Rückstand in destillirtem Wasser auf und verdünnt die Lösung genau bis zum Liter. 10 ccm derselben enthalten genau die 12 Theilen Kalk entsprechende Menge neutralen Calciumchlorides. Man kann in diesem Falle nicht Baryumchlorid- oder Baryumnitratlösung an Stelle der Calciumchloridlösung anwenden, weil eine der obigen Calciumlösung entsprechende Baryumlösung durch die bei der Methode von Wilson angewandte concentrirte Natriumcarbonatlösung sofort gefällt wird.

Silbernitratlösung, $^1/_{10}$ normale
(zur Bestimmung des Chlors nach Mohr, Seite 143).

Man löst 17 g reines, geschmolzenes, käufliches Silbernitrat in 1 Liter destillirten Wassers.

1 ccm der Lösung enthält die 0,00355 g Chlor entsprechende Menge Silber.

Uranlösung, titrirte
(zur titrimetrischen Bestimmung der Phosphorsäure).

Man löst 10 bis 15 g gelbes Uranoxydnatron in Essigsäure, filtrirt die Lösung und verdünnt mit destillirtem Wasser zu 1 Liter.

Zur Feststellung des Titers dieser Lösung stellt man sich zunächst eine Phosphorsäurelösung von bestimmtem Gehalt dar. Man löst zu diesem Zwecke 5,043 g reines, nicht verwittertes, zer-

riebenes und durch Pressen zwischen Fliesspapier von dem hygroskopischen Wasser befreites Natriumphosphat ($Na_2HPO_4 + 12\,aq.$) in 1 Liter destillirten Wassers; 1 ccm dieser Lösung enthält 1 mg Phosphorsäure (P_2O_5).

20 ccm dieser Lösung werden mit 5 bis 6 ccm Essigsäure (29- bis 30procentiger) und etwa dem gleichen Volum destillirten Wassers versetzt. Man erhitzt das Gemisch in einem Becherglase auf 60 bis 80° C. und lässt darauf aus einer Bürette von der Uranlösung hinzufliessen, bis ein Tropfen der Versuchsflüssigkeit, auf einem weissen Porcellanteller mit einem Tropfen stark verdünnter Kaliumferrocyanidlösung (gelber Blutlaugensalzlösung) zusammengebracht, eine schwache Bräunung hervorruft. Man muss Acht geben, dass der zu prüfende Tropfen nicht Antheile der Fällung enthalte und daher dem gebildeten Niederschlage einige Minuten Zeit geben, sich abzusetzen. Man verdünnt die Uranlösung, bis 1 ccm derselben 2 ccm der obigen Phosphorsäurelösung entspricht, also 2 mg Phosphorsäure (P_2O_5) anzeigt.

Bemerkung zu dem Verschluss der Büretten.

Die Anwendung von Quetschhähnen zum Verschliessen der Büretten ist mit dem Uebelstande verknüpft, dass die Gummischläuche an den zusammengesetzten Stellen häufig fest zusammenkleben und dadurch nach kurzer Zeit unbrauchbar werden. Statt der Quetschhähne wendet man zweckmässig die folgende Vorrichtung an:

Man bringt in dem Gummischlauche zwischen dem unteren Ende der Bürette und dem Abflussröhrchen ein an beiden Enden rund geschmolzenes Stückchen Glasstab von etwa 15 mm Länge an; der Gummischlauch wird dadurch vollständig abgeschlossen. Soll nun die Flüssigkeit abfliessen, so drückt man den Gummischlauch mit zwei Fingern zur Seite; man kann durch stärkeres oder geringeres Drücken eine weitere oder engere freie Rinne erzielen und dadurch das Abfliessen der titrirten Lösungen noch besser als mit Hülfe eines Quetschhahnes reguliren.

Tabelle der Atomgewichte der wichtigeren Elemente.

Name	Symbol	Atomgewichte	
		nach Loth. Meyer und Seubert	abgerundete Zahlen
Aluminium	Al	27,04	27
Antimon	Sb	119,6	120
Arsen	As	74,9	75
Baryum	Ba	136,86	137
Blei	Pb	206,39	207
Bor	Bo	10,9	11
Brom	Br	79,76	80
Calcium	Ca	39,91	40
Chlor	Cl	35,37	35,5
Chrom	Cr	52,45	52,5
Eisen	Fe	55,88	56
Jod	J	126,54	127
Kalium	K	39,03	39
Kohlenstoff	C	11,97	12
Kupfer	Cu	63,18	63
Lithium	Li	7,01	7
Magnesium	Mg	23,94	24
Mangan	Mn	54,8	55
Molybdän	Mo	95,9	96
Natrium	Na	22,995	23
Phosphor	P	30,96	31
Platin	Pt	194,34	194
Quecksilber	Hg	199,8	200
Sauerstoff	O	15,96	16
Schwefel	S	31,98	32
Silber	Ag	107,66	108
Silicium	Si	28,0	28
Stickstoff	N	14,01	14
Strontium	Sr	87,3	87,3
Uran	U	239,8	240
Wasserstoff	H	1,00	1
Zink	Zn	64,88	65
Zinn	Sn	117,35	118

Tabelle der Tension des Wasserdampfes für die Temperaturen von 1 bis 35° C., nach Regnault.

° C.	Tension	° C.	Tension	° C.	Tension
°	mm	°	mm	°	mm
1	4,940	12,5	10,804	24	22,184
1,5	5,118	13	11,162	24,5	22,858
2	5,302	13,5	11,530	25	23,550
2,5	5,491	14	11,908	25,5	24,261
3	5,687	14,5	12,298	26	24,988
3,5	5,889	15	12,699	26,5	25,738
4	6,097	15,5	13,112	27	26,505
4,5	6,313	16	13,536	27,5	27,294
5	6,534	16,5	13,972	28	28,101
5,5	6,763	17	14,421	28,5	28,931
6	6,998	17,5	14,882	29	29,782
6,5	7,242	18	15,357	29,5	30,654
7	7,492	18,5	15,845	30	31,548
7,5	7,751	19	16,346	30,5	32,463
8	8,017	19,5	16,861	31	33,405
8,5	8,291	20	17,391	31,5	34,368
9	8,574	20,5	17,935	32	35,359
9,5	8,865	21	18,495	32,5	36,370
10	9,165	21,5	19,069	33	37,410
10,5	9,474	22	19,659	33,5	38,473
11	9,792	22,5	20,265	34	39,565
11,5	10,120	23	20,888	34,5	40,680
12	10,457	23,5	21,528	35	41,827