

bezeichnet, einem mit der Partei erschienenen Sachverständigen, z. B. einem Patentanwalt, das Wort zu erteilen. Vf. hat weiteres Material in dieser Frage gesammelt und den betreffenden amtlichen Stellen, insbesondere auch dem braunschweigischen Ministerium, zur Verfügung gestellt. Dieses hatte in einer Zuschrift an A r n d t darauf hingewiesen, daß eine Einwirkung auf die Gerichte nicht angängig sei, da es sich um eine Angelegenheit handle, die ausschließlich dem freien richterlichen Ermessen unterliege. Demgegenüber stellt Vf. fest, daß die meisten deutschen Gerichte, vor allem das Reichsgericht, in der Sache einen von dem des braunschweigischen Gerichtes abweichenden Standpunkt einnehmen, wie aus mehreren vom Vf. teilweise angeführten Entscheidungen der Oberlandesgerichte Dresden, Frankfurt, Naumburg, Düsseldorf und der Landgerichte Hamburg, Magdeburg, Gotha und Berlin hervorgeht. Auch in der Literatur wird, wie Vf. darlegt, eine der Rechtsprechung der Gerichte sich anschließende Anschauung vertreten, und schließlich haben auch mehrere technische Vereine sich entschieden für die Zulassung der Parteisachverständigen zum Wort ausgesprochen. Man darf wohl hoffen, daß auch die braunschweigischen Gerichte ihren Widerstand gegen eine allseitig als zweckmäßig erkannte Maßnahme aufgeben. (Mitteilungen vom Verbande deutscher Patentanwälte 1914, S. 139—141.)

## Über die Darstellung der Normalsalzsäure.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 17.2. 1915.)

Am genauesten läßt sich Normalsalzsäure nach dem Verfahren von A c r e e und B r u n e l<sup>1)</sup> darstellen, indem man trockenes Salzsäuregas in Wasser leitet und die Menge der gelösten Säure durch die Gewichtszunahme bestimmt; die so dargestellte Säure von genau bekanntem Gehalte kann dann so weit verdünnt werden, daß sie normal bzw.  $1/10$ -n. sei. Zumcist werden aber in der Laboratoriumspraxis zur Darstellung der Normalsalzsäure die mittelbaren Verfahren bevorzugt<sup>2)</sup>. Bei uns in Ungarn wird für gewöhnlich, dem Vorschlage meines verehrten Lehrers Prof. Dr. C. v. T h a n gemäß, bei der Bereitung der Normalsalzsäure als Grundsubstanz K a l i u m b i c a r b o n a t benutzt<sup>3)</sup>. Dieses Verfahren der Normalsäuredarstellung ist in Deutschland so gut wie unbekannt. Eben deshalb möchte ich die Fachgenossen auf diese einfache und gute Darstellungsweise der Normalsalzsäure aufmerksam machen, und auch gleichzeitig meine eigenen Erfahrungen bezüglich der Ausführung und Genauigkeit dieses Verfahrens hinzufügen.

Selbst das reinste käufliche Kaliumbicarbonat entspricht seiner Zusammensetzung nach nicht genau der Formel  $\text{KHCO}_3$ , vielmehr enthält es immer geringe Mengen Kaliumcarbonat und dementsprechend auch etwas Wasser. Um zu carbonat- und wasserfreiem Salze zu gelangen, zerreibt man das käufliche allerreinste Salz im Achatmörser zu feinem Pulver und gibt dieses in dünner Schicht in einen mit Chlortcalcium beschickten und mit Kohlendioxyd gefüllten Exsiccator. Das anfänglich für gewöhnlich etwas feuchte Pulver ist tags darauf trocken. Um ganz sicher zu sein, zerreibt man das etwas zusammengebackene Salz wieder zu Pulver und läßt es noch einige Tage im Exsiccator. Endlich füllt man das Krystallmehl in enghalsige Arzneifläschen, die man mit stanniolüberzogenen Korkstöpseln verschließt. So aufbewahrt, ist das Salz unbegrenzt lange haltbar. Das Salz läßt sich sehr gut abwägen, da es dabei keine Feuchtigkeit anzieht.

Um die Reinheit des so vorbehandelten Kaliumbicarbonates zu prüfen, wurden folgende Versuche ausgeführt:

Es wurde Salzsäure von bekanntem Gehalte mit der größten Sorgfalt nach dem Verfahren von A c r e e und

B r u n e l dargestellt, dann genau gewogene Mengen des in Kohlendioxyd getrockneten Kaliumbicarbonats (pro analysi, mit Garantieschein) mit dieser Säure titriert (Indicator Methylorange). Die verbrauchte Menge der Säure wurde dem Gewichte nach bestimmt. Zum Wägen des Kaliumbicarbonats und der Salzsäure wurde eine und dieselbe Wage benutzt, die bei 500 g Belastung noch auf 0,2 mg empfindlich war; die Gewichte waren kalibriert. Es möge nur noch bemerkt werden, daß genauigkeitshalber, nach dem Aufkochen, die zum Beenden des Titrierens noch nötige Säure in Form von  $1/10$ -n. Salzsäure zur Flüssigkeit hinzugeträufelt wurde (s. w. unten). Es wurde in angegebener Weise zweimal Salzsäure von genau bekanntem Gehalte dargestellt, und dann mit beiden Säuren je drei Bestimmungen ausgeführt. Die Endergebnisse enthalten folgende Tabelle; die Gewichte beziehen sich auf luftleeren Raum:

$\text{KHCO}_3$	HCl	Äquivalentgew. des $\text{KHCO}_3$
10,4109 g	3,7886 g	100,21
8,6630 „	3,1533 „	100,19
9,1128 „	3,3169 „	100,19
5,8280 „	2,1213 „	100,19
5,7792 „	2,1035 „	100,19
5,4106 „	1,9702 „	100,15

Das aus den Atomgewichten berechnete Äquivalentgewicht des Kaliumbicarbonats beträgt 100,11 in guter Übereinstimmung mit dem gefundenen Werte. Aus dieser kleinen Studie folgt auch, daß man mit in angegebener Weise vorbehandeltem Kaliumbicarbonat leicht eine genau normale oder  $1/10$ -n. Salzsäure darstellen kann, die allen Ansprüchen der Praxis vollauf genügt.

Zur Darstellung der Normalsalzsäure wägt man von dem getrockneten Salze (s. oben) etwa 5 g genau ab, und zwar am besten gleich in den etwa 300 ccm fassenden Kolben aus widerstandsfähigem Glase, in welchem man das Titrieren mit der annähernd 4%igen Salzsäure vornimmt. Man gießt auf das Salz etwa 100 ccm reines dest. Wasser, fügt 5 Tropfen Methylorange-Lösung (1 : 1000) hinzu und titriert im schräggehaltenden Kolben auf Rötlichgelb. Dann erhitzt man die Flüssigkeit bis zum Aufkochen und hält sie einige Minuten im lebhaften Sieden, um die Kohlensäure auszutreiben. Endlich kühlte man vollständig ab und beendet das Titrieren mit der rein gelb gewordenen Flüssigkeit.

Zur Darstellung der  $1/10$ -n. Salzsäure kann man zweckmäßig so verfahren, daß man vom getrockneten Salze den zehnten Teil des Grammäquivalentgewichtes des Kaliumbicarbonats genau abwägt und dann in angegebener Weise mit etwa 8%iger Salzsäure aus einer 50 ccm fassenden Bürette titriert. Die verbrauchte Menge der Salzsäure wird dann zum zweiten Male mit derselben Bürette abgemessen und auf 1000 ccm verdünnt. Es ergibt sich ohne weiteres, daß bei dieser Arbeitsweise ein allenfalls vorhandener Kaliberschler der Bürette von selbst entfällt.

Hat man öfters genaue  $1/10$ -n. Salzsäure zu machen, so lohnt es sich, hierzu eine eigene Bürette zu halten (s. Zeichnung). Der bauchige Teil der Bürette faßt 90 ccm, die engen, in  $1/10$  ccm geteilte Röhre 20 ccm. Beim Arbeiten mit dieser Bürette verwendet man als Ausgangssäure eine annähernd normale Salzsäure (spez. Gew. 1,017).

Beim Nachprüfen der Normalsalzsäure auf ihre Richtigkeit nimmt man 2—3 g Kaliumbicarbonat, beim Prüfen der  $1/10$ -n. Säure einige Dezigramme.

Bei der Darstellung und Prüfung der normalen und  $1/10$ -n. Salzsäure möchte ich aber, auf Grund der vorstehenden genauen Versuche, empfehlen, nicht den aus den Atomgewichten berechneten Wert des Äquivalentgewichtes, sondern den um etwa  $1/1000$  größeren, auf empirischem Wege bestimmten Wert zu benutzen. Das Äquivalentgewicht des in beschriebener Weise getrockneten Kaliumbicarbonats wurde im Mittel zu 100,19 gefunden ( $\text{HCl} = 36,468$ ), welcher Wert, wenn man das Wägen mit Messinggewichten vornimmt und das Gewicht nicht auf den luftleeren Raum bezieht, sich auf 100,15 verringert.



A. 22.

<sup>1)</sup> Amer. Chem. J. 36, 117.

<sup>2)</sup> Beckurts, Die Methoden der Maßanalyse, 1913, S. 96 ff.

<sup>3)</sup> Math. u. naturwiss. Berichte aus Ungarn 6, 127 (1889). Vgl. auch M. Matolcsy, Acidimetrie mit Kaliumhydrocarbonat. Dissertation in ungarischer Sprache. Budapest 1893.