lösung entspricht 0,0031 g OCH_3 . Eine eigens bereitete Jodwasserstoffsäure ist bei diesem Verfahren nicht erforderlich, vielmehr kann auch eine mittels Schwefelwasserstoffs bereitete Säure zur Zersetzung der Substanz verwendet werden. Schwefelwasserstoff, Phosphorwasserstoff und Merkaptane werden von Pyridin nicht absorbiert.

Die Anwendung der Pyridinmethode ist besonders an Stelle des von Herzig und Meyer¹⁾ ausgearbeiteten Verfahrens bei der Methylimidbestimmung zu empfehlen. Für Äthoxylbestimmungen ist die Pyridinmethode nicht anwendbar. Jodäthyl wird bei Zimmertemperatur von Pyridin nur unvollkommen absorbiert, bei steigender Temperatur nimmt die Absorption wohl zu, erreicht aber bei 75° mit ungefähr 88% des vorhandenen Halogenalkyls ihr Maximum. Bei bestimmter Verdünnung der Jodäthylämpfe scheint die Absorption durch Pyridin völlig aufzuhören.

Durch eine Reihe von Untersuchungen schwefelhaltiger Substanzen oder Gemische solcher wurden die früher²⁾ gemachten Angaben bestätigt, dass die Gegenwart von Schwefel die Methoxylbestimmung nicht stört, gleichviel in welcher Bindung sich der Schwefel befindet. Auch die Menge des durch Reduktion entstehenden Schwefelwasserstoffes ist auf das Resultat der Analyse ohne Einfluss. Durch eine Nachprüfung der Versuche wurde erwiesen, dass das von Benedikt und Bamberger³⁾ beobachtete Auftreten von Merkaptan auf die Einwirkung von Halogenalkyl auf Schwefelkadmium zurückzuführen ist. Während Schwefelwasserstoffwasser auch bei tagelangem Stehen mit Jodmethyl nicht reagiert, gibt eine wässrige Suspension von Kadmiumsulfid beim Schütteln mit Jodmethyl schon nach kurzer Zeit deutlichen Merkaptangeruch. Die Anwendung von Jodkadmium als Absorptionsmittel scheint die Merkaptanlösung besonders zu begünstigen. Verwendet man zur Absorption von Schwefelwasserstoff an Stelle desselben Kadmiumsulfat, so ergibt sich selbst beim Erwärmen der Kadmiumlösung auf 60° nur ein sehr geringer Fehlbetrag an Methyl. Eine schwach angesäuerte Kadmiumsulfatlösung hält schon in niedriger Schicht Schwefelwasserstoff fast völlig zurück und ermöglicht so die Bildung eines rein weissen Silberniederschlages. Bei Anwendung von Kadmiumsulfat lässt sich also die Zeiselsche Methode zur Alkoxybestimmung schwefelhaltiger Verbindungen auch ohne Hilfe von Pyridin verwenden, was besonders für Äthoxylbestimmungen gilt. Oswald.

Eine neue empfindliche Methode zur Untersuchung von Ölen gründet A. Mazzaron⁴⁾ auf die Beobachtung, dass bei der Bestimmung der Tortellischen Schwefelsäurethermalzahl stets je nach der Art des Öles grössere oder geringere Mengen schwefliger Säure entweichen, die sich quantitativ bestimmen lassen.

1) Vergl. diese Ztschrft. 34, 458 (1895). — 2) a. a. O. — 3) Vergl. diese Ztschrft. 30, 634 (1891). — 4) Staz. sperim. agrar. ital. 48, 583; durch Chem. Zentrbl. 86, II, 1316 (1915).

Ein dickwandiger, 200 *ccm* fassender Erlenmeyerkolben wird mit einem doppelt durchbohrten Stopfen versehen, durch dessen Bohrungen zwei rechtwinklig gebogene Glasröhren gehen, deren eine bis auf den Boden des Kolbens reicht, während die andere mit einem Gaswaschzylinder von 250 *ccm* Inhalt in Verbindung steht, welcher seinerseits an einen Aspirator angeschlossen ist und eine genau gemessene Menge $\frac{1}{10}$ Jodlösung enthält. In den Kolben gibt man 20 *ccm* des zu prüfenden Öles und lässt 5 *ccm* Schwefelsäure vom spezifischen Gewicht 1,8417 an den Wandungen herunterfließen. Nun saugt man langsam Luft durch den Apparat, schüttelt den Kolben $\frac{1}{4}$ Minute kräftig durch und saugt bis zum Erkalten weiter. Alsdann titriert man die Jodlösung im Zylinder mit $\frac{1}{10}$ Thiosulfatlösung. Die Anzahl der Kubikzentimeter Jodlösung, welche von der durch die 20 *ccm* Öl freigemachten schwefligen Säure verbraucht wurden, gibt die Schwefligsäureanhydridzahl des untersuchten Öles an. Als Versuchstemperatur eignet sich am besten 20°. Der Verf. bestimmte die Schwefligsäureanhydridzahl verschiedener pflanzlicher Öle und fand für Olivenöl 2,4, Sesamöl 49,5, Baumwollsaatöl 137,5, Maisöl 65, Sojaöl 223, Rüböl 15, Erdnussöl 7.

Nach weiteren Versuchen entspricht einer hohen Thermalzahl auch eine hohe Schwefligsäureanhydridzahl, ohne dass jedoch ein feststehendes Verhältnis zwischen beiden besteht
Oswald.

Die Bestimmung des Reinheitsgrades von Dimethylanilin- und Benzolmustern bespricht William Jacob Jones¹⁾. Das Dimethylanilin des Handels enthält als Verunreinigungen Wasser, Anilin, Monomethylanilin, Nitrobenzol, die Toluidine und ihre Methylderivate und Aminotiothene, von welchen Verbindungen die drei erstgenannten hauptsächlich in Frage kommen. Mit Ausnahme von Wasser siedeten diese alle um 200° und besitzen ein Molekulargewicht, welches nicht sehr weit von dem des Monomethylanilins, der Hauptverunreinigung, entfernt ist. Da infolgedessen bei der Berechnung der Fehler nur klein ist, lässt sich sehr gut die Bestimmung des Gefrierpunktes zur Prüfung des Dimethylanilins verwenden. Man besitzt dadurch ein Verfahren zur direkten Bestimmung dieses Produktes, welches den gegenwärtig gebräuchlichen chemischen Methoden vorzuziehen ist, nach denen man die einzelnen Verunreinigungen gesondert bestimmt und den Rest als Dimethylanilin berechnet.

Der Gefrierpunkt von möglichst reinem Dimethylanilin, welches durch mehrmaliges Ausfrierenlassen und Trennen von dem flüssigen Anteil erhalten wurde, lag bei 2,07° C und die kryoskopische Konstante bei 5,53°; der Gefrierpunkt des mit Wasser gesättigten Produktes wurde bei 1,76° C gefunden.

Die Ausführung der Bestimmung ist ähnlich der gewöhnlichen kryoskopischen Molekulargewichtsbestimmung durch Gefrierpunktserniedrigung.

¹⁾ The Journ. of the Soc. of Dyers and Colourists **35**, 45 und 47 (1919).