Einige physikalische Konstanten des reinen Anilins gibt C. L. Knowles¹⁾ an. Für die Bestimmungen verwandte er ein unter Beobachtung besonderer Vorsichtsmaßregeln auf folgende Weise gereinigtes Anilin.

Zwei Liter farbloses Anilin wurden im Vakuum viermal destilliert, wobei jeweils Vor- und Nachlauf verworfen wurden. Das erhaltene Destillat wurde in eine gesättigte Lösung von umkristallisierter Oxalsäure langsam eintropfen gelassen, das Anilinoxalat abfiltriert, mehrere Male mit Wasser gewaschen und dreimal aus 95%igem Äthylalkohol umkristallisiert unter jedesmaligem Nachwaschen mit reinem Äthylalkohol. Das oxalsaurer Salz wurde durch Hinzufügen einer gesättigten Lösung von umkristallisiertem Natriumkarbonat umgesetzt, das Anilin abdestilliert und nochmals dreimal im Vakuum destilliert. Mit dem auf diese Weise gereinigten Produkt wurden folgende Konstanten festgestellt:

Siedepunkt $184,32^{\circ}$ — $184,39^{\circ}$ bei 760 mm;

Gefrierpunkt $-6,24^{\circ}$ C;

Spez. Gewicht $1,0268$ $15^{\circ}/15^{\circ}$ C;

Brechungsexponent $1,5850$ bei 20° .

A. Oswald.

Die Prüfung und die Bestimmung des Nitroso- β -Naphthols haben Paul Nicolardot und Lucien Valli-Douau²⁾ ausgearbeitet, nachdem sie zuvor die bisher vorgeschlagenen Methoden einer Nachprüfung unterzogen.

Die Ausschüttelung mit Äther liefert keine einwandfreien Resultate, da der grösste Teil der im Handelsprodukt vorkommenden Verunreinigungen ebenfalls in Äther löslich ist, und auch Essigsäure die Löslichkeit des Nitroso- β -Naphthols in Wasser, wie Versuche ergaben, sehr erhöht. Eine Titration mit Kupfersulfat gibt ebenfalls nur annähernde Werte, dagegen lässt sich folgende Reaktion zu einer Bestimmung verwerten.

Fügt man zu einer azetonischen Lösung des Nitroso- β -Naphthols eine titrierte Ferrisalzlösung, so bildet sich eine komplexe Verbindung von der Zusammensetzung $(C_{10}H_7ONO)_3 Fe$; ist alles Eisen gebunden, so lässt sich ein Überschuss an diesem durch Tüpfeln mit Rhodan ammonium feststellen. Man benützt zur Bestimmung eine Lösung von Eisenalaun, welche 15 g dieses Salzes im Liter enthält, und eine 20%ige Rhodan ammoniumlösung.

Zur Einstellung der Eisenlösung löst man 1 g durch Umkristallisieren gereinigtes Nitroso- β -Naphthol in 50 ccm rektifiziertem Azeton, fügt 30 ccm Wasser hinzu und lässt unter Umschütteln die Eisenalaunlösung nach und nach zufließen, bis sich der schwarze Niederschlag zusammenballt und die darüberstehende Flüssigkeit sich entfärbt; nun geht man mit der Eisenlösung nur $\frac{1}{2}$ ccm-weise vor, bis sich ein

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. 12, 831 (1920). — ²⁾ Bull. soc. chim. de France [4] 23, 455 (1918).

Überschuss an Eisen durch Tüpfeln mit der Rhodanammoniumlösung nachweisen lässt.

Zur Prüfung übergiesst man 2 g des zu untersuchenden, bei 35° getrockneten Produktes in einem geeichten Kolben von 200 ccm Inhalt mit etwa 120 ccm Azeton, lässt unter häufigem Umschütteln mindestens 1 Stunde stehen und stellt dann mit destilliertem Wasser zur Marke ein. Nachdem das Unlösliche sich abgesetzt hat, pipettiert man 100 ccm ab und titriert, wie oben angegeben, mit der eingestellten Eisenlösung.

Die eben beschriebene Methode lässt sich auch zu einer genaueren quantitativen Bestimmung abändern. Nach beendeter Titration fügt man noch weitere 10 ccm Eisenlösung und 50 ccm Wasser hinzu, schüttelt 2 Minuten und lässt über Nacht stehen; am andern Morgen filtriert man durch ein doppeltes, gewogenes Filter, wäscht mit kaltem Wasser aus, bis die ablaufende Flüssigkeit keine Reaktion auf Eisensalze mehr gibt und trocknet bei 70° bis zu konstantem Gewicht. Der

Umrechnungskoeffizient ist $\frac{519}{572} = 0,907$. A. Oswald.

Die Bestimmung der Nitrotoluole mit Stannochloridlösung beschreiben E. de W. S. Colver und E. L. R. Prideaux¹⁾. Die zu benutzende Zinnchlorürlösung wird etwa 2—2,5fach normal gemacht, indem man ca. 159 g Zinn in der erforderlichen Menge Salzsäure löst, die Lösung dekantiert und zum Liter auffüllt. Die Einwage wird so bemessen, dass etwa 10 ccm der Zinnchlorürlösung zur Reduktion derselben ausreichen würden. Zur Ausführung der Bestimmung bringt man 20 ccm Zinnchlorürlösung in ein 100 ccm-Messkölbchen und, für einen blinden Versuch, 10 ccm Zinnchlorürlösung in ein eben solches Kölbchen. In das erste Kölbchen bringt man nun die abgewogene Substanz nebst 3 ccm konz. Salzsäure und erwärmt dann beide unter Umschütteln in kochendem Wasser. Alsdann lässt man erkalten, füllt zur Marke auf und titriert den noch weiter mit Wasser verdünnten Inhalt beider Kölbchen mit $\frac{1}{10}$ -Jodlösung langsam (2 Tropfen in der Sekunde) zurück.

Bezüglich der Bestimmung der Nitrotoluole betont E. Knecht²⁾, dass entgegen der Ansicht von Colver und Prideaux³⁾ das von Knecht und Hibbert⁴⁾ ausgearbeitete Verfahren der Bestimmung von Nitroverbindungen mittels Titanchlorür genau und einwandfrei ist.

Dobriner.

Die Unterscheidung von Breuzkatechin, Hydrochinon und Resorzin bewerkstelligt J. Wolff⁵⁾ mit Hilfe einer von ihm schon

¹⁾ Journ. Soc. Chem. Ind. **36**, 480 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 647 (1917). — ²⁾ Journ. Soc. Chem. Ind. **36**, 694 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 778 (1917). — ³⁾ Journ. Soc. Chem. Ind. **36**, 480 (1917); s. d. vorstehende Referat. — ⁴⁾ Ber. Deutsch. Chem. Ges. **40**, 3819 (1907); vergl. diese Ztschrft. **47**, 425 (1908). — ⁵⁾ Ann. chim. anal. appl. **22**, 105 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 648 (1917).