dem Trocknen bei circa 80° bestimmt man die Menge des Tribromphenols.

Für die volumetrische Bestimmung der Salicylsäure und der Carbolsäure bedient sich F. Telle¹⁾ des Bromierungsverfahrens. Das Brom in statu nascendi erzeugt er durch Einwirkung einer Lösung von unterchlorigsaurem Natron auf eine mit Salzsäure angesäuerte Lösung von Kaliumbromid. Die Lösung des Natriumhypochlorits wird erhalten durch Verdünnen von 35 cc der üblichen Handelswaare auf 1000 cc. Ihr Wirkungswerth in Bezug auf die Erzeugung von Brom wird durch Titration von arseniger Säure bei Gegenwart von Bromkalium bestimmt.

Bei der Bromirung soll nach Telle's Angaben die Salicylsäure ein Dibromderivat liefern, während Carbolsäure in Tribromphenol übergeht.

Zur Bestimmung der Salicylsäure löst man 1 g derselben unter Vermittelung von 2 cc einer Natronlauge von 1,2 specifischem Gewicht zu 500 cc. Zu 25 cc dieser Lösung fügt man 5 cc einer 10 procentigen Kaliumbromidlösung, säuert mit 10—15 Tropfen Salzsäure an und lässt aus einer Bürette so lange Natriumhypochloritlösung zulaufen, bis die Hauptmenge der Salicylsäure gefällt ist. Man löst den Niederschlag unter Zusatz von 5 cc Chloroform und etwas Alkohol und titirt dann weiter, bis das Chloroform durch etwas überschüssiges Brom gelb gefärbt erscheint.

Natrium-, Lithium- und Magnesiumsalze der Salicylsäure werden in gleicher Weise untersucht, nur kann man hier die wässerigen Lösungen der Salze verwenden. Das Wismuthsalz wird zunächst durch 10 Minuten langes Erwärmen mit verdünnter Natronlauge umgesetzt.

Für Carbolsäure verwendet man 25 cc einer 0,1 procentigen Lösung. Ein Zusatz von Chloroform ist nicht erforderlich, der Endpunkt der Titration ist an der eintretenden Gelbfärbung der Flüssigkeit zu erkennen. Salol (Salicylsäurephenylester) wird zunächst durch Kochen mit verdünnter Natronlauge zerlegt, ehe man die Bestimmung ausführt. 1 Molecül Salol verbraucht 10 Atome Brom.

Die Bestimmung des Hydrazins²⁾ lässt sich nach R. Stolle³⁾ in einfacher Weise ausführen durch directe Titration der mit Natrium- oder Kaliumbicarbonat versetzten Lösung der Salze mit $\frac{1}{10}$ Normal-Jodlösung.

1) Journ. Pharm. **13**, 49; durch Journ. of the chemical Society **80**, II, 357.

2) Vergl. diese Zeitschrift **34**, 245; **40**, 420.

3) Journ. f. prakt. Chemie [N. F.] **66**, 332.

Die Reaction verläuft im Sinne folgender Gleichung:

Die Gegenwart von Ammoniak wirkt bei der Titration nicht störend. Dagegen muss sofort nach Zusatz des Bicarbonats titriert werden, da eine verdünnte Lösung von Hydrazinhydrat, respective -carbonat, sich allmählich zersetzt. Die Titration ist beendet, wenn die zuletzt eintretende Violettfärbung mindestens 2—4 Minuten lang bestehen bleibt. Für die Bestimmung werden beispielsweise circa 6 g Hydrazinsulfat zu 1000 cc gelöst. 25 cc dieser Lösung versetzt man mit 2 g Kaliumbicarbonat, gelöst in 30 cc Wasser, und titriert nach Zusatz von 2 cc einer 2 procentigen Stärkelösung.

Stolle befürwortet die Anwendung des Hydrazinsulfats als Titer-substanz für Jodlösungen. Das schwer lösliche Salz lässt sich leicht rein darstellen; durch Trocknen bei 100° C. wird es wasserfrei erhalten. Das Hydrazinsulfat kann auch als Titer-substanz für Alkalilösungen verwendet werden, da das Salz bei Gegenwart von Methylorange sich nach folgender Gleichung

E. Rupp¹⁾ kann, im Gegensatz zu Stolle's Angaben, die jodometrische Titration des Hydrazins in bicarbonathaltiger Lösung nicht als genügend genau erachten. Nach seinen Untersuchungen findet man leicht zu hohe Resultate. Er empfiehlt, zum Neutralisiren der während der Titration sich bildenden Jodwasserstoffsäure Natriumkaliumtartrat oder Natriumacetat anzuwenden.

Man führt die Bestimmung in der Weise aus, dass man einen Ueberschuss an $\frac{1}{10}$ Normal-Jodlösung zu der mit obigen Salzen versetzten Lösung des Hydrazinsalzes zufügt. Nach circa 15—20 Minuten langer Einwirkung wird mit $\frac{1}{10}$ Normal-Thiosulfatlösung unter Anwendung von Stärkelösung zurücktitriert. Reines Hydrazinsulfat ergab, in dieser Weise bestimmt, 100,05 % $\text{N}_2\text{H}_4, \text{H}_2\text{SO}_4$.

Eine Methode zur Bestimmung von Hydroxylamin und Hydrazin theilen K. A. Hofmann und F. Küspert²⁾ mit. Während durch die bisher gebräuchlichen Methoden von Thum³⁾, von Meyer⁴⁾

1) Journ. f. prakt. Chemie [N. F.] **67**, 140.

2) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **31**, 64.

3) Monatsh. f. Chemie **14**, 294.

4) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **10**, 1940; diese Zeitschrift **18**, 345.