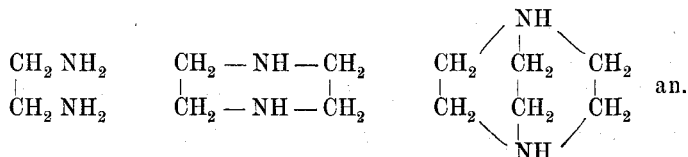


brauchten Jodmenge mit 1,45 findet man den Gehalt an Antipyrin. Die Verwendung der Stärke als Indicator ist hierbei nicht zu empfehlen.

**Primäre, secundäre und tertiäre Amine** mit demselben Alkohol radical lassen sich in einem Gemenge nach einer von Ch. Gassmann<sup>1)</sup> angegebenen Methode rasch bestimmen. Der Verfasser wandte dieses Verfahren bei der Bestimmung und Trennung der drei Aethylendiamine



Man bestimmt zunächst das Gesamtgewicht der wasserfreien und getrockneten Basen; dasselbe sei =  $a$  g. Diese Menge löst man in Wasser zu einem bestimmten Volumen. In einem aliquoten Theile der Lösung bestimmt man durch Titration mit Normal-Salzsäure, unter Benutzung von Phenolphthalein als Indicator, die Gesamttalkalinität.<sup>2)</sup> Es seien  $b$  cc Normal-Salzsäure verbraucht.

In einem anderen aliquoten Theile bestimmt man in bekannter Weise den Verbrauch an Normal-Natriumnitritlösung; die Endreaction wird durch Tüpfeln auf Jodkaliumstärkepapier geprüft. Es seien  $c$  cc Nitritlösung verbraucht.

Da nach Angabe des Verfassers die 3 Basen mit je 2 Moleculen Salzsäure neutrale Salze liefern und Nitrit nur auf Mono- und Di-Aethylen-diamin (Piperazin) unter Stickstoffentwicklung respective Nitrosirung, einwirkt und auf jede der beiden Basen 2 Moleküle Nitrit zur Reaction gelangen, so sind die Bedingungen zur Berechnung der Mengenverhältnisse der 3 Basen gegeben. In dem angewandten Gemenge seien vorhanden:

$$\begin{array}{llll}
 x \text{ g Mono-Aethyldiamin (Molecular-Gewicht} = M_x) & & & \\
 y \text{ g Di-} & \ll & ( & \ll & = M_y) \\
 \text{und } z \text{ g Tri-} & \ll & ( & \ll & = M_z).
 \end{array}$$

<sup>1)</sup> Comptes rendus 123, 313.

<sup>2)</sup> Nach meinen Erfahrungen lässt sich das Di-Aethyldiamin (Piperazin) mit Normal-Säure unter Anwendung von Phenolphthalein nicht quantitativ bestimmen. Vielleicht kommt man an Stelle der Titration gut zum Ziele durch Ueberführen der 3 Basen in ihre Chloride und Wägen derselben. P. D.

Die Berechnung der vorhandenen Mengen der 3 Basen ergibt sich einfach aus folgenden Gleichungen

$$x + y + z = a$$

$$\frac{2000 x}{M_x} + \frac{2000 y}{M_y} + \frac{2000 z}{M_z} = b^1) \quad \frac{2000 x}{M_x} + \frac{2000 y}{M_y} = c^1).$$

Für die Bestimmung von Monoaminen würden unter gleichen Verhältnissen folgende Gleichungen gelten.

$$x + y + z = A$$

$$\frac{1000 x}{M_x} + \frac{1000 y}{M_y} + \frac{1000 z}{M_z} = B \quad \frac{1000 x}{M_x} + \frac{1000 y}{M_y} = C.$$

**Zur Bestimmung der Ameisensäure** benutzt F. Freyer<sup>2)</sup> den Umstand, dass sich dieselbe bei der Oxydation mit Chromsäure glatt in Kohlensäure und Wasser spaltet. Auf Essigsäure wirkt unter den angegebenen Verhältnissen die Chromsäure nicht ein.

Die Ausführung der Analyse ist folgende:

10—20 cc einer Ameisensäurelösung, in denen bis 0,5 g Ameisensäure enthalten sein darf, werden unter Zusatz von 50 cc einer 6 procentigen Kaliumbichromatlösung und 10 cc concentrirter Schwefelsäure  $\frac{1}{2}$ —1 Stunde lang am Rückflusskühler im Kochen gehalten. Man bringt hierauf die Lösung auf ein Volum und bestimmt in einem aliquoten Theile der Lösung den Ueberschuss an Chromsäure. Der Verfasser bedient sich hierfür der von Zulkowsky<sup>3)</sup> empfohlenen Methode.

Die angeführten Beleganalysen sind befriedigend. Hat man ein Gemenge von ameisenurem und essigsurem Kalk, so macht man die Säuren mit Schwefelsäure (Phosphorsäure) frei und destillirt sie mit den Wasserdämpfen über. In aliquoten Theilen des Destillates bestimmt man durch Titration die Gesamtmenge beider Säuren und nach obiger Methode die Ameisensäure selbst.

Ueber den Einfluss der Chromsäure auf die höheren Fettsäuren stehen noch die Versuche aus.

<sup>1)</sup> Die Zahl 2000 in diesen Gleichungen ergibt sich aus der Erwägung, dass für ein Molecul 2000 cc Normalsalzsäure, respective Normalnatriumnitritlösung, erforderlich sind.

<sup>2)</sup> Chemiker-Zeitung 19, 1184; vom Verfasser eingesandt; vergl. auch diese Zeitschrift 31, 346 u. 33, 471.

<sup>3)</sup> Diese Zeitschrift 8, 74; vergl. auch 31, 123.