

Phenylhydrazins, Hydroxylamins und des Semikarbazids verfolgt. Die mit diesen Reagenzien entstehenden Derivate, das Phenylhydrazon $C_6H_5 \cdot NH-N=CH \cdot COOC_2H_5$, das Oxim $(OH)N=CH-COOC_2H_5$ und das Semikarbazon $NH_2-CO-NH-N=CH-COOC_2H_5$ sind zur Identifizierung des Esters geeignet; ihre physikalischen und chemischen Eigenschaften haben die Verfasser eingehend geprüft und in ihrer Arbeit zusammengestellt, auf die wir hiermit verweisen wollen.

2. Quantitative Bestimmung organischer Körper.

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Zur Bestimmung der Ameisensäure veröffentlicht Alexander Lays¹⁾ einen Brief, in dem er unter Hinweis auf seine schon früher²⁾ angegebene Methode die Priorität für ein von Denigès ausgearbeitetes Verfahren beansprucht.

In Erwiderung desselben stellt G. Denigès³⁾ die beiden Bestimmungsmethoden in Vergleich und fasst nochmals seine Arbeitsweise kurz zusammen. Die Lösung der Ameisensäure wird mit einem bekannten Volum einer $1/10$ -Normal-Quecksilberchloridlösung bei Gegenwart von Natriumazetat während einer Viertelstunde im kochenden Wasserbade erhitzt, das ausgeschiedene Kalomel durch Filtration von der Flüssigkeit getrennt und in letzterer das überschüssige Quecksilberchlorid durch Titration mit Silber- und Rhodanlösung bestimmt. Hieraus berechnet sich leicht die vorhandene Ameisensäure.⁴⁾

Die quantitative Bestimmung einiger Farbstoffe in gefärbten Baumwollwaren hat E. Knecht⁵⁾ im Verlauf seiner Arbeiten über die Anwendung von Titanchlorid in der volumetrischen Analyse⁶⁾ angegeben.

Direkte Baumwollfarbstoffe können durch Titration mit Titanchlorid auf der Faser genau bestimmt werden. Nachdem etwa vorhandenes aktives Chlor aus der zu untersuchenden Stoffprobe durch 5 Minuten langes Kochen mit Salzsäure (1 : 3) entfernt ist, leitet man einen Kohlen säurestrom durch die Flüssigkeit, fügt die Titanchloridlösung hinzu und erwärmt bis zum Verwinden der Farbe. Nach dem Erkalten be-

1) Bull. des travaux de la Soc. de Pharm. de Bordeaux 48, 69.

2) Diese Zeitschrift 38, 677.

3) Bull. des travaux de la Soc. de Pharm. de Bordeaux 48, 70.

4) Vergl. diese Zeitschrift 48, 495.

5) Journ. Soc. Dyers and Colourists 21, 3; durch Journ. of the Soc. of Chemical Ind. 24, 154.

6) Siehe auch hierzu diese Zeitschrift 47, 425.

stimmt man den Überschuss an Titanchlorid durch Titration mit einer Eisenalaunlösung unter Benutzung von Rhodankalium als Indikator. Die ganze Operation muss zur Vermeidung jeglicher Oxydation in einer Kohlensäureatmosphäre ausgeführt werden.

Die Bestimmung von Methylenblau führt E. Knecht¹⁾ auf folgende Weise aus:

1 g Methylenblau wird in 250 ccm Wasser gelöst und 50 ccm dieser Lösung werden mit einigen Tropfen Chlorwasserstoffsäure erwärmt. Man leitet nun Kohlensäure durch die Flüssigkeit und titriert mit einer Titanchloridlösung von bekanntem Gehalt bis zur Entfärbung. Der Endpunkt ist sehr scharf zu erkennen.

Unter der Voraussetzung, dass 1 Molekül Farbstoff 2 Atome Wasserstoff zur Reduktion verbraucht, ergab eine Probe Methylenblau rein 95—96 % Farbstoff und 4 % Wasser.

Die Glycerinbestimmungsmethode von Shukoff und Schestakoff²⁾ ist im Laboratorium der Dynamitfabrik Schlebusch³⁾ einer Nachprüfung unterzogen worden. Auf Grund dieser werden folgende Änderungen der Arbeitsweise empfohlen:

1. Die zu untersuchende Lösung wird, falls sie alkalisch ist, mit Schwefelsäure schwach angesäuert und dann, entgegen der Vorschrift von Shukoff und Schestakoff, nicht filtriert, sondern sogleich mit Kaliumkarbonat wieder alkalisch gemacht. Erst jetzt kann die Filtration stattfinden, da die Lösung sich sehr schlecht filtriert, so lange sie sauer ist.

2. Die Extraktion mit Azeton soll nicht 4, sondern 5—6 Stunden dauern, da sie nach 4 Stunden häufig noch nicht beendet ist.

3. Das Trocknen des erhaltenen Glycerins bewirkt man nicht bei 75—80°, sondern bei 90—95°.

Bei der höheren Temperatur wird nämlich konstantes Gewicht schneller und sicherer erreicht, und ein Verlust an Glycerin ist bei 95° noch nicht zu befürchten.

Trotz dieser Verbesserungen liefert die »Extraktionsmethode« stets etwas zu hohe Resultate, bei Seifenunterlaugen und Glycerinwassern 0,1 bis 0,2%, bei Roh- und Dynamitglycerin nicht selten 1%. Die

1) Journ. Soc. Dyers and Colourists **21**, 9; durch Journ. of the Soc. of Chemical Ind. **24**, 154; siehe auch diese Zeitschrift **45**, 631.

2) Zeitschrift f. angew. Chemie **18**, 295; vergl. diese Zeitschrift **47**, 175.

3) Zeitschrift f. angew. Chemie **18**, 1656.