

was auch dadurch bestätigt wird, dass man dieselbe Farbenreaktion erhält, wenn man eine frische Lösung von Natriumhydrosulfit mit einer verdünnten Nitroprussidnatriumlösung vermischt. Obige Reaktion ermöglicht den Nachweis von Ameisensäure auch in gefärbten Lösungen ohne vorhergehende Destillation.

A. Oswald.

Die Bestimmung der Essigsäure durch Destillation mit Phosphorsäure hat W. Faitoute Munn¹⁾ ausgearbeitet. Die Methode, eine Modifikation der bekannten Destillationsmethoden²⁾, ist einfach und schnell auszuführen und gibt auch bei Gegenwart von Kohlendioxyd genaue Werte. Man verfährt folgendermaßen: 5 g der trockenen Probe werden in einem Rundkolben mit verdünnter Phosphorsäure (20 ccm Wasser und 40 ccm 85%ige Säure) übergossen, der Kolben mit einem durchbohrten Stopfen verschlossen, durch dessen Bohrungen ein Destillationsaufsatz, ein Tropftrichter und ein Natronkalkrohr gehen. Während man einen langsamen Luftstrom durch die Flüssigkeit saugt, erhitzt man allmählich zum Sieden und lässt zur Ergänzung der abdestillierenden Flüssigkeit verdünnte Phosphorsäure (50 ccm Wasser und 25 ccm 85%ige Säure) durch den Tropftrichter zulaufen in dem Maße, als das Destillat in die Vorlage abtropft. In dieser, welche durch einen Kühler luftdicht mit dem Destillationsaufsatz verbunden ist und einen seitlichen Ansatz zum Durchsaugen des Luftstromes besitzt (Saugflasche), befindet sich eine gesättigte Baryumhydroxydlösung bekannten Gehalts. In etwa 1¹/₂ Stunden ist die Destillation beendet, worauf man zunächst das überschüssige Baryumhydroxyd mit $\frac{n}{10}$ -HCl bei Gegenwart von Phenolphthalein als Indikator titriert, dann zur Lösung des etwa ausgeschiedenen Baryumkarbonats n-HCl hinzufügt und den Überschuss an letzterer nun mit n-NaOH und Methylorange als Indikator zurückbestimmt. Sind etwa noch andere flüchtige organische Säuren zugegen, so müssten diese natürlich vor der Titration entfernt oder bestimmt und bei der Berechnung in Abzug gebracht werden.

A. Oswald.

Die verschiedenen zur Bestimmung des Gehalts von reinem Essigsäureanhydrid eingeführten Methoden besprechen L. G. Radcliffe und S. Medofski³⁾. Das Verfahren von Treadwell⁴⁾ sowie das von den Verfassern ausgearbeitete beruht darauf, dass das Anhydrid durch Barythydrat verseift, bzw. durch Stehen lassen mit Wasser in Essigsäure übergeführt wird. Menschutkin und Wassiljew⁵⁾ schütteln 2 g Anhydrid mit Anilin, worauf nach Abkühlen gewogen und titriert wird. Sekundäre Reaktionen, die infolge der starken Erwärmung eintreten, kann man nach Vorschlag der Verfasser dadurch vermeiden, dass man statt der vorgeschriebenen 2—3 g Anilin 20 ccm verwendet.

Dobriner.

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. **10**, 550 (1918). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. **47**, 597 (1908). — ³⁾ Journ. Soc. Chem. Ind. **35**, 210 (1916): durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 646 (1917). — ⁴⁾ Lehrbuch der analyt. Chemie. — ⁵⁾ Journ. Russ. Phys.-Chem. Ges. **21**, 190 (1889).