

auch nicht die Angabe von Smith ¹⁾ für richtig halten, dass die Reaction zwischen Ammoniak und Formaldehyd schon nach $\frac{1}{2}$ stündigem Stehen beendet ist.

Ueber die Trennung der Mono- und Dinitroproducte hat M. Konovalof ²⁾ eine ausführliche Arbeit veröffentlicht, aus der ich die Methoden hervorhebe, die der Verfasser anwandte, um die bei der Nitrirung erhaltenen Mono- und Dinitroproducte zu trennen.

Siedet das Mononitroderivat unter 180° , so führt eine Destillation bei gewöhnlichem Druck, besser aber bei vermindertem, zum Ziele. Bei sehr vermindertem Druck lassen sich auch die Dinitroparaffine destilliren. Bequemer lassen sich die einfach nitrirten Kohlenwasserstoffe durch Wasserdampf übertreiben, während die höher nitrirten mit den Wasserdämpfen nicht flüchtig sind.

Auch durch die verschiedene Löslichkeit in den gebräuchlichen organischen Lösungsmitteln lässt sich eine Trennung bewerkstelligen. Die Dinitrokohlenwasserstoffe sind in Aether und Petroläther weniger löslich als die Mononitrokörper.

Auf eine solche Weise gelang es dem Verfasser das Dinitrooctan zu isoliren, welches bei der Nitrirung des Acetons im geschlossenen Rohre in gewisser Menge entsteht.

Eine Methode der quantitativen Bestimmung der Aepfelsäure gründet A. Hilger ³⁾ auf die Eigenschaft dieser Säure, in neutraler oder schwach alkalischer Lösung aus Palladiumchlorid metallisches Palladium abzuscheiden. Während Glycerin und Glykolsäure dasselbe Verhalten zeigen, reagiren Weinsäure, Citronensäure, Bernsteinsäure und Oxalsäure nicht. Um die Aepfelsäure im Wein zu bestimmen, destillirt man Alkohol und flüchtige Säuren ab, schüttelt zur Entfernung der Farb- und Gerbstoffe mit Thierkohle und fällt die Fruchtsäuren mit Bleiacetat. Aus der essigsäuren Lösung dieses Niederschlages fällt man das Blei wiederum durch Zusatz eines sehr geringen Ueberschusses von Soda aus. Man fügt zum Filtrat eine 2 procentige Lösung von Palladiumchlorid und macht mit Soda genau neutral. Unter Kohlensäureentwicklung scheidet sich beim Schütteln das Palladium ab. Nachdem

¹⁾ Diese Zeitschrift **39**, 61.

²⁾ Journ. Soc. phys. chim. **31**, 57; durch Bull. de la soc. chim. de Paris **22**, 618.

³⁾ Verh. d. Vers. deutsch. Naturf. u. Aerzte 1899, 668—69; durch Chem. Centralblatt **71**, II, 597.

man schwach angesäuert hat, wird noch $1\frac{1}{2}$ Stunden auf dem Wasserbad erhitzt; hierauf filtrirt man das Palladium ab. 1 g Aepfelsäure entspricht 0,294 g Palladium.

Platinchlorid wird durch Aepfelsäure nicht, wohl aber durch Weinsäure reducirt.

Ueber die Untersuchung des Calciumcitrats berichten A. Soldaini und E. Bertè¹⁾, veranlasst durch die verschiedenen Methoden und Berechnungen, welche zur Bestimmung der Citronensäure angewandt werden. Die Verfasser heben zunächst die Thatsache hervor, dass der citronensaure Kalk $(C_6H_5O_7)_2Ca_3 + 4H_2O$ sehr hygroskopisch ist und die eine Hälfte des Wassers bei 100^0 — 130^0 , die andere aber erst bei 175^0 bis 185^0 verliert.

Zur Untersuchung von Calciumcitrat wird 1 g der fein gepulverten Substanz in einem Erlenmeyer-Kolben mit 10 cc Wasser erhitzt, man fügt circa 20 Tropfen Salzsäure (von 1,18 specifischem Gewicht) hinzu und neutralisirt nach dem Abkühlen bei Gegenwart von Phenolphthaleïn mit $\frac{1}{2}$ Normal-Natronlauge. Nach dem Ansäuern mit 3 cc Essigsäure wird filtrirt und ausgewaschen, man dampft das Filtrat zur Trockene, nimmt den Trockenrückstand mit 15—20 cc heissem Wasser auf, filtrirt abermals und wäscht mit 35—40 cc Wasser aus, bis das Filtrat farblos erscheint. Das Gesamtfiltrat soll nicht mehr als 55 cc betragen. Dieses wird eingedampft, getrocknet, gewogen, verascht und wieder gewogen. Die Berechnung geschieht am besten auf wasserfreie Citronensäure.

Die volumetrische Bestimmung des Anilins durch Brom und des Broms durch Anilin, welche G. Denigès²⁾ schon vor mehreren Jahren angegeben hat, bespricht der Verfasser³⁾ nochmals, nachdem François diese Methode als neu veröffentlicht hatte. Um den Titer des Bromwassers festzustellen, lässt man dieses tropfenweise zu 20 cc einer 0,4—0,5 procentigen, mit 2 cc Salzsäure versetzten Anilininlösung fließen, bis diese schwach gelb gefärbt erscheint. Umgekehrt lässt sich eine Bromlösung bestimmen durch allmähliches Hinzufügen einer Lösung von 15,5 g reinem Anilin in 50 cc Salzsäure. Auch durch Formaldehydlösung⁴⁾ kann nach Angabe des Verfassers Anilin bestimmt werden.

1) Boll. chim. farm. **38**, 441; durch Chem. Centralblatt **70**, II, 350.

2) Vergl. diese Zeitschrift **33**, 89 u. **34**, 734.

3) Journ. pharm. chim **10**, 63; durch Chem. Centralblatt **70**, II, 406.

4) Vergl. diese Zeitschrift **33**, 86.