

1449. Bellmann, Theodor. Producte der Einwirkung von Fünffach-Chlorphosphor auf Komenaminsäure. Inaug.-Diss. Leipzig 1884.
1450. Boymond, M. Sur le poids des gouttes. Sep.-Abdr.
1601. Casali, Adolfo. Il cloralio nelle ricerche chimico-tossicologiche. Bologna 1883. Sep.-Abdr.
1602. Niederstadt. Die artesischen Fluss-, Quell- und Pump-Wässer von Hamburg und Umgebung. Sep.-Abdr.
1603. Richardson, Clifford. An investigation of the composition of american wheat and corn. Washington 1883. Sep.-Abdr.
1604. Spring, W. Sur l'élasticité parfaite des corps solides chimiquement définis. — Note sur un nouveau dilatomètre différentiel. Sep.-Abdr.
1605. Valentiner. Die Kronenquelle zu Ober-Salzbrunn und ihre wissenschaftliche Vertretung; Reclame oder Studium? Sep.-Abdr.

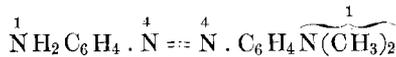
|                  |                    |
|------------------|--------------------|
| Der Vorsitzende: | Der Schriftführer: |
| A. W. Hofmann.   | A. Pinner.         |

## Mittheilungen.

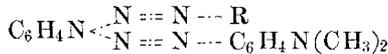
### 70. Raphael Meldola: Ueber eine neue Prüfungsmethode auf salpetrige Säure.

(Eingegangen am 1. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bei Gelegenheit einer Reihe von Untersuchungen von Azoverbindungen, mit welchen ich seit Kurzem beschäftigt bin, habe ich beobachtet, dass das *p*-Amidobenzolazodimethylanilin:



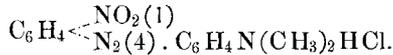
leicht durch Einwirkung der salpetrigen Säure diazotirt wird, und eine Reihe von sekundären Azoverbindungen der allgemeinen Form:



entsteht.

Das Tetrazosalz  $\text{C}_6\text{H}_4 \begin{matrix} \text{N}_2\text{Cl} \\ \text{N}_2 \end{matrix} \text{C}_6\text{H}_4\overset{1}{\text{N}}(\text{CH}_3)_2$  besitzt die bemerkenswerthe Eigenschaft, eine stark blaue Färbung anzunehmen, wenn seine verdünnte Lösung der Luft ausgesetzt wird, eine Eigenschaft, welche dieser Substanz einigen Werth zur Entdeckung geringer Mengen von salpetriger Säure bei Analysen verleiht.

Um die fragliche Substanz darzustellen, wird *p*-Nitranilin in der gebräuchlichen Weise<sup>1)</sup> diazotirt und die Lösung mit der theoretischen Menge von Dimethylanilin, in verdünnter Salzsäure gelöst, versetzt. Die Mischung wird bald roth und man erhält nach 3 bis 4stündigem Stehen derselben in Eiskälte einen schön krystallinischen Niederschlag. In der Lösung glänzen die Krystalle mit stahlblauem metallischen Reflex; sie bestehen aus dem Chlorhydrat der Nitroazoverbindung:



Der Niederschlag wird abfiltrirt, sorgfältig mit Wasser abgespült und, wie unten beschrieben ist, reducirt. Die Substanz wird in einen Siedekolben übergeführt und mit Alkohol und Salzsäure zum Sieden erhitzt, bis völlige Lösung eingetreten ist. So erhält man eine schön rothe Lösung, deren Farbe bei Zugabe von überschüssigem Ammoniak in braun umschlägt. Hierbei scheidet sich etwas Base ab. Fügt man nun zu der heissen Lösung Schwefelammonium und kocht das Ganze etwa 10—15 Minuten, so geht die Gesamtmenge der Base wieder in Lösung, wobei die zuvor braune Färbung sich in gelblich orange verwandelt. Sobald die Reduktion beendet ist, giesst man die alkoholische Lösung in eine grosse Menge kalten Wassers und lässt einige Stunden stehen. Die Amidobase scheidet sich dann als ein dunkel orangefarbenes Pulver ab. Man sammelt dasselbe, wäscht es sorgfältig mit Wasser, löst in kalter verdünnter Salzsäure, filtrirt die Lösung zur Entfernung von Schwefel enthaltenden Verunreinigungen und fällt die Base wieder durch Ammoniak. Löst dieselbe sich dann noch nicht in verdünnter Salzsäure ohne einen Rückstand zu hinterlassen auf, so muss der Reinigungsprocess von Neuem vorgenommen werden.

Um die Lösung zum Gebrauch fertig zu machen, löst man die Amidobase in verdünnter Salzsäure im Verhältniss von 0.5 g auf 1 Liter auf. Diese Lösung besitzt eine tiefrothe Farbe.

Soll nun eine Flüssigkeit auf salpetrige Säure geprüft werden, so fügt man zuerst ein paar Tropfen der rothen Lösung hinzu und unmittelbar darauf einige Tropfen Salzsäure. Darauf wird Ammoniak tropfenweise zugegeben und die Lösung nach jeder Zugabe umgerührt, bis die blaue Farbe erscheint.

Diese Probe ist sehr empfindlich und habe ich deutliche Reaktionen noch mit einer Lösung erhalten, welche  $\frac{1}{64}$  g Natriumnitrit auf 1 Liter enthielt, oder 1 Theil Natriumnitrit auf 6400 Theile Wasser. Sie besitzt vor *m*-Phenylendiamin den Vorzug, dass ihre Lösung un-

<sup>1)</sup> In einer früheren Mittheilung habe ich die Vorsichtsmaassregeln beschrieben, welche nöthig sind um *p*-Nitranilin erfolgreich zu diazotiren. Journ. Chem. Soc. 1883, Trans. p. 428.

begrenzte Zeit aufbewahrt werden kann, ohne Oxydation durch Einwirkung der atmosphärischen Luft zu erleiden.

Ich bin noch nicht im Stande gewesen die Natur der Reaktion zu erforschen, da der blaufärbende Farbstoff unbeständig ist und sich langsam zersetzt, wenn man seine Lösung an der Luft stehen lässt.

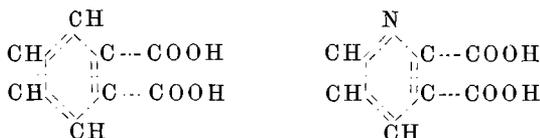
Atlas Works, Hackney Wick, London, 28. Januar 1884.

## 71. E. Nölting und A. Collin: Notizen<sup>1)</sup>.

(Eingegangen am 31. Januar.)

### I. Ueber Pyridindicarbonsäure.

Die Pyridindicarbonsäure<sup>2)</sup>, die durch Oxydation des Chinolins mit Permanganat entsteht, hat die beiden Carboxylgruppen in Orthostellung; man kann sie demnach als eine Phtalsäure betrachten, in der eine CH-Gruppe durch Stickstoff ersetzt ist.



Wie die Phtalsäure verbindet sie sich mit Phenolen. Mit Phenol und Schwefelsäure auf circa 120° erhitzt bildet sie ein Condensationsprodukt, das sich in Alkalien mit rother Farbe ähnlich dem Phenolphtalein löst.

Mit Resorcin condensirt sie sich schon ohne Zusatz eines wasserentziehenden Mittels bei etwa 200° und liefert einen dem Fluorescein durchaus ähnlichen Körper, der bromirt einen eosinartigen, rothen Farbstoff liefert. Ein grosser Theil der Säure wird hierbei in Kohlen-säure und Nikotinsäure zersetzt.

### II. Ueber Blaubildung aus Rosanilin.

Dass nicht nur Anilin, sondern auch Ortho- und Paratoluidin mit Rosanilin und Benzoësäure auf circa 180° erhitzt Blau geben, ist bekannt. Metatoluidin verhält sich ähnlich.

<sup>1)</sup> Diese Versuche sind vor etwa 2 Jahren ausgeführt und im Comité de Chimie der Societé Industrielle de Mulhouse mitgetheilt worden.

<sup>2)</sup> Beilstein's Handbuch, pag. 2001. Säure No. 7. Auch Chinolinsäure genannt.