

denen der *o*-Nitrosobenzoesäure überein. Der von Hrn. Popovici angegebene Schmp. 155.5° (korr.) kommt dagegen keiner der genannten Säuren, wenigstens nicht in reinem Zustande, zu. Auch hat weder eine von den Säuren noch der *o*-Nitrobenzaldehyd selbst das von Hrn. Popovici angegebene Aussehen »lange, blaßgelbe Nadeln«.

o-Nitro-benzoesäure.

Bei der Oxydation mit Chromsäure nach dem von Hrn. Popovici angegebenen Verfahren lieferte die Nitrosobenzoesäure die leicht charakterisierbare *o*-Nitrobenzoesäure vom Schmp. 147°. Daß die *o*-Nitrobenzoesäure wirklich vorhanden war, wurde durch eine Kohlenstoff- und Wasserstoffbestimmung kontrolliert.

0.1638 g Sbst.: 0.3024 g CO₂, 0.046 g H₂O.

C₇H₅NO₄. Ber. C 50.30, H 3.00.

Gef. » 50.35, » 3.12.

Die bei der Oxydation gebildete *o*-Nitrobenzoesäure entspricht unverkennbar dem von Hrn. Popovici angenommenen, »in farblosen Stäbchen« krystallisierenden *o*-(2.2')-Dinitrobenzil, Schmp. 151° (korr.)

Wir glauben hiermit gezeigt zu haben, daß das von Hrn. Popovici angenommene *o*-(2.2')-Dinitrobenzoin unter den angegebenen Bedingungen durch die Einwirkung von Cyankalium auf *o*-Nitrobenzaldehyd nicht gebildet wird, sondern daß das Reaktionsprodukt aus der von Homolka erwähnten *o*-Azoxybenzoesäure und aus *o*-Nitrosobenzoesäure besteht, und daß das von Hrn. Popovici beschriebene *o*-(2.2')-Dinitrobenzil nichts anderes als *o*-Nitrobenzoesäure ist.

Wir beabsichtigen, die von Zugumenny¹⁾ durch Nitrierung von Benzoin dargestellten beiden isomeren Dinitrobenzile näher zu studieren.
Stockholm, den 17. Februar 1908.

155. Philip Blackman: Über eine neue Methode zur Bestimmung von Dampfdichten.

[Zweiter Teil.]

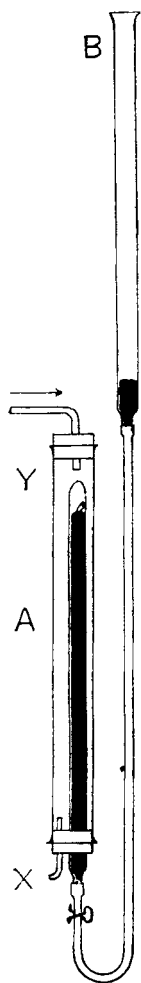
(Eingegangen am 27. Februar 1908.)

Der von mir verwendete Apparat (vergl. die Abbildung auf S. 882) besteht aus einem dickwandigen, langen Glasrohr *A*, das an seinem einen Ende *Y* zugeschmolzen ist, während es sich an seinem anderen Ende *X* zu einem kurzen, offenen Ansatzrohr verjüngt, welches jedoch noch weit genug ist, um das Einführen eines Hofmannschen Wägegläschens zu gestatten. Das Rohr *A* ist in ccm eingeteilt, und zwar beginnt diese Teilung von dem geschlossenen

¹⁾ Journ. Russ. Physik.-chem. Ges. 4, 278.

Ende *Y* ab. Das andere Ende *X* steht mittels eines etwa 1 m langen starkwandigen Gummischlauches in Verbindung mit einem langen Glasrohr *B*.

Will man mit diesem Apparat einen Versuch ausführen, so stellt man *B* vertikal, befestigt an ihm den Gummischlauch und verschließt dessen freies Ende mit Hilfe einer Klemme oder eines Quetschhahnes. Hierauf gießt man soviel Quecksilber ein, daß der ganze Druckschlauch, sowie ein Teil von *B* damit gefüllt sind. Nunmehr wird auch *A*, und zwar mit dem Ende *X* nach oben, senkrecht gestellt und ziemlich vollständig mit Quecksilber gefüllt. Hat man dann das mit einer abgewogenen Menge Substanz gefüllte Wägegläschen hineingegeben, so befestigt man das freie Ende des Druckschlauchs an *X* und dreht *A* um, so daß nunmehr *Y* nach oben kommt. Während der Ausführung dieses Handgriffs steigt das Hofmannsche Wägegläschen im Rohr *A* empor (sollte es unterwegs hängen bleiben, so genügt ein leichtes Klopfen an die Glaswand, um das weitere Aufwärtssteigen zu veranlassen). Jetzt wird der Quetschhahn, bezw. die Klemme geöffnet; ist das Quecksilber zur Ruhe gekommen, so notiert man die Differenz zwischen seinem Stande in den Röhren *A* und *B* in mm und stellt auch das Volumen der in *A* eingeschlossenen Luft fest.



Es empfiehlt sich, das Rohr *B* höher zu stellen als *A*, so daß die Quecksilberkuppe in *B* sich höher als in *A* einstellt. Letzteres wird nunmehr mit einem geeigneten Heizmantel umgeben und in dem Dampf einer Flüssigkeit erwärmt, deren Siedepunkt höher liegt als der des Versuchsmaterials. Ist die Substanz vollständig vergast, so liest man in *A* das Volumen des Gemisches von Luft und Dampf ab und mißt wiederum die Differenz im Stande des Quecksilbers in *A* und *B*. Falls es die Kapazität von *A* zuläßt, kann man *B* jetzt senken oder hochheben, wodurch man weitere Ablesungen für v_2 und m_2 gewinnt (vergl. weiter unten); in ähnlicher Weise können auch m_1 und v_1 variiert werden, doch ist dies im allgemeinen nicht ratsam, da hierdurch eine Verflüchtigung von Substanz veranlaßt werden kann und v_1 dann nicht mehr das Volumen der eingeschlossenen Luft darstellt.

Es ist auch darauf zu achten, daß *B* stets in solcher Höhe eingestellt wird, daß v_2 sich dauernd innerhalb des Heizmantels befindet. Als Rohr *A* verwendet man am besten eine Bürette.

Es bedeute t_1° die Temperatur der Luft und t_2° die Temperatur des im Heizmantel befindlichen Dampfes; w sei das Gewicht der Substanz; p_1 und p_2 mögen den Luftdruck beim Beginn bzw. am Schlusse des Versuchs darstellen; m_1 und m_2 seien die Höhenunterschiede im Stande des Quecksilbers am Anfang und am Schluß des Experiments; v_1 soll das Volumen der ursprünglich in A eingeschlossenen Luft und v_2 das Volumen des Gemisches von Luft und Dampf ausdrücken. Die Dampfdichte berechnet sich dann mit Hilfe nachstehender Formel:

$$\frac{31068 \cdot w (273 + t_1) (273 + t_2)}{(p_2 \pm m_2) \cdot v_2 (273 + t_1) - (p_1 + m_1) \cdot v_1 (273 + t_2)};$$

hierbei ist $+m_2$ einzusetzen, wenn das Quecksilber in A tiefer steht als in B , $-m_2$ aber, sobald es in A höher steht als in B .

Bei den folgenden, als Belege für die Brauchbarkeit des Verfahrens mitgeteilten Versuchen wurde als Heizflüssigkeit Wasserdampf benutzt, so daß $t_2^{\circ} = 100^{\circ}$ war.

	m_2	v_2	Berechnete Dampfdichte
CH ₂ .CO.CH ₃ . $w = 0.0471$ g; $t_1 = 15.5^{\circ}$; $m_1 = 112$; $p_1 = p_2 = 759$; $v_1 = 2.5$; theoretische Dampfdichte = 29.00	537	16.6	29.17
	404	18.5	29.15
	316	20.0	29.18
	101	25.0	29.19
	— 43	30.0	29.18
	— 144	35.0	29.17
	— 221	40.0	29.15
C ₆ H ₆ . $w = 0.0511$ g; $v_1 = 3$; $m_1 = 40$; $p_1 = p_2 = 760$; $t_1 = 16^{\circ}$; theoretische Dampfdichte = 39.00.	472	15.0	38.50
	213	19.0	38.48
	164	20.0	38.49
	— 21	25.0	38.47
	— 144	30.0	38.50
	— 232	35.0	38.49
	— 298	40.0	38.50
— 350	45.0	38.51	
(C ₂ H ₅) ₂ O. $w = 0.0522$ g; $v_1 = 3.5$; $m_1 = 29$; $p_1 = p_2 = 760$; $t_1 = 16^{\circ}$; theoretische Dampfdichte = 37.00.	573	15.0	36.82
	240	20.0	36.81
	40	25.0	36.81
	— 93	30.0	36.79
	— 189	35.0	36.82
	— 260	40.0	36.81
	— 316	45.0	36.80
— 360	50.0	36.81	

Technisches Institut Hackney, London, N. E.