und 8 *ccm* 47%iges Hydrazinhydrat in 15 *ccm* absolutem Alkohol werden 5 Stdn. auf dem Wasserbad erhitzt; der entstandene Niederschlag wird aus 600 *ccm* Wasser umkrystallisiert, wobei gelbe Nadeln vom Schmelzpunkt 208° entstehen.

Die Kondensationen werden auf folgende Weise vorgenommen: 0,5 *g* des Reagenses, in 15 *ccm* siedendem Alkohol gelöst, 1 *g* oder 1 *ccm* CO-Verbindungen, in Alkohol gelöst, und 1 Tropfen Eisessig werden vermischt und stehen gelassen, in einigen Fällen mit Wasser verdünnt. Das Kondensationsprodukt wird aus Alkohol umkrystallisiert. In der vorliegenden Arbeit beschreibt Chen nun eine große Zahl derartiger Kondensationsprodukte und gibt ihre Schmelzpunkte an.

Primäre und sekundäre Alkohole können nach Oxydation mit Natriumbichromat und Schwefelsäure ebenso identifiziert werden.

Elisabeth Drexler.

2, 4, 6-Trinitrobenzoylchlorid als Reagens für die Identifizierung von Alkoholen. M. Ch. Chang und C. H. Kao¹⁾ fanden, daß dieses Chlorid mit Alkoholen Ester liefert, die etwa 50—70° höher schmelzen als die für die Identifizierung von Alkoholen gewöhnlich verwendeten 3, 5-Dinitrobenzoesäureester²⁾. Ferner ist das Chlorid selbst gegen siedendes Wasser resistent, so daß ein geringer Wassergehalt des zu identifizierenden Alkohols nicht schädlich wirkt. Das Chlorid wird folgendermaßen dargestellt: Durch Oxydation von technischem Trinitrotoluol mit Natriumbichromat und Schwefelsäure erhält man 2, 4, 6-Trinitrobenzoesäure, die mit Phosphorpentachlorid bis zur Verflüssigung schwach erwärmt und dann 2—3 min gekocht wird. Die Flüssigkeit wird nun auf Tonteller gegossen und das erstarrte Produkt direkt als Reagens verwendet.

Zur Kondensation werden 2 *ccm* des betreffenden Alkohols und 0,5 *g* des Reagenses am Steigrohr bis zur Lösung (10—20 min) gekocht. Der beim Erkalten sich ausscheidende Ester wird aus verdünntem Alkohol umkrystallisiert und bei 100° getrocknet. Die Verfasser führen in ihrer Arbeit eine Reihe auf diese Art entstandener Kondensationsprodukte auf und beschreiben Aussehen und Schmelzpunkt.

Elisabeth Drexler.

Analyse von Methylenblau. Soll in einer wäßrigen Methylenblaulösung der Gehalt an Farbstoff bestimmt werden, so läßt sich diese Analyse sehr einfach und mit einer Fehlergrenze unter 0,5—1,0% nach einer von K. O. Schtscherbatschew³⁾ ausgearbeiteten Methode durchführen. Danach wird das Methylenblau in einer salzsauren Zinnchlorürlösung durch Kochen in einer Kohlendioxyd-Atmosphäre reduziert und darauf das überschüssige Zinnchlorür mit Bichromat zurücktitriert, wobei Methylenblau selbst als Indikator dient, da es durch den geringsten Überschuß an Bichromat wieder oxydiert und dabei sichtbar wird. Die

¹⁾ Journ. Chin. Chem. Soc. **3**, 256 (1935); durch Chem. Zentrbl. **107**, I, 122 (1936). — ²⁾ G. B. Malone und E. E. Reid, Journ. Americ. Chem. Soc. **51**, 3424 (1929). — ³⁾ Chem.-pharm. Ind. (russ.) 1935, S. 117; durch Chem. Zentrbl. **107**, I, 819 (1936).