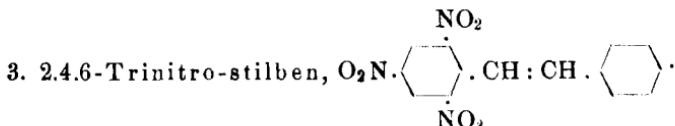


hinzugefügt. Hierauf erwärmt man im Oelbade auf ca. 130°. Das Gemisch färbt sich momentan braun und beginnt, ein wenig zu schäumen. Nach zweistündigem Erhitzen ist der Process beendet. Man lässt in der Kälte erstarren, presst die Masse auf einer Thonplatte ab und krystallisiert den Rückstand mehrfach aus Benzol um. Gelbe Nadeln vom Schmp. 86°.

0.3144 g Sbst.: 32 ccm N (21.5°, 725 mm).

Ber. N 10.77. Gef. N 11.1.



10 g 2.4.6-Trinitrotoluol und 4.8 g Benzaldehyd werden in einem Kölbchen mit 10—15 Tropfen Piperidin versetzt. Sofort färbt sich das Gemisch braun und erwärmt sich. Man erhitzt noch eine halbe Stunde auf dem Wasserbade, presst das entstandene Product dann auf einer Thonplatte ab und krystallisiert es mehrfach aus Benzol um. Man erhält hellgelbe, glänzende Tafeln oder Blättchen, die an der Luft verwittern. Sie stellen ein Benzol-Additionsproduct an das gesuchte 2.4.6-Trinitrostilben dar, welches bei 158° schmilzt.

0.1102 g (benzolfreie Substanz): 13.2 ccm N (19°, 726 mm).

Ber. N 13.33. Gef. N 13.14.

0.2818 g (benzolhaltige Substanz in 3 Stunden): 0.0566 g Benzol.  
Gefundene Abnahme: 20.09 pCt. Berechnet für 1 Mol. Benzol 19.85 pCt.

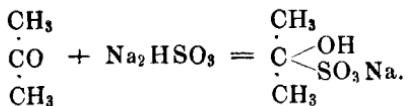
Zürich, Chemisches Universitäts-Laboratorium im März 1906.

## 192. Adolf Jolles:

### Zur quantitativen Bestimmung des Acetons.

(Eingegangen am 3. März 1906.)

Die Methode beruht auf der Addition von Bisulfit an Aceton nach der Gleichung:



Es wird demnach die zu bestimmende Acetonlösung mit einem 3—4-fachen Ueberschusse an titrirtem Bisulfit versetzt, und nach 30-stündigem Stehen mit Jodlösung zurücktitriert. Je einem Molekül verbrauchten Bisulfit entspricht 1 Molekül Aceton. Die Reaction

zwischen Aceton und Bisulfit verläuft bei weitem träger als bei den Aldehyden, und es konnte trotz vielfacher Abänderung der Versuchsbedingungen die Einwirkung dauer nicht gekürzt werden. Die Anwendung von schwefligsauren Salzen ist infolge der leichten Oxydierbarkeit ausgeschlossen. Die nach dieser Methode erhaltenen Resultate sind recht genau.

Beispiel: 2.3674 g reines Aceton wurden auf 1 L verdünnt. Je 25 ccm dieser Lösung wurden in einer Stöpselflasche mit 25 ccm  $\frac{1}{5}\text{-n}$ . Bisulfitlösung versetzt und nach 30-stündigem Stehen mit  $\frac{1}{10}\text{-n}$ . Jodlösung zurücktitriert. Gleichzeitig wurde die Bisulfitlösung für sich ebenso lange stehen gelassen und titriert.

Umgerechnet auf  $\frac{1}{10}\text{-n}$ . Lösung ergab sich, dass das Aceton verbraucht hatte:

1. 20.32 ccm, 2. 20.36 ccm, 3. 20.40 ccm  $\frac{1}{10}\text{-n}$ . Bisulfit.

Daraus ergiebt sich:

1. 0.0590 g, 2. 0.0591 g, 3. 0.0592 g Aceton.

$$\text{Angewendet } \frac{2.3674}{40} = 0.0592.$$


---

### 193. Th. Weyl: Ueber Einwirkung von Wasserstoffsuperoxyd auf Phosphor.

(Eingegangen am 2. April 1906.)

Nach Schönbein's bekannter Entdeckung wird durch Einwirkung von Luft auf gelben Phosphor Ozon gebildet. Ich habe mir nun die Frage vorgelegt, ob der gleiche Körper auch durch eine Reaction zwischen Phosphor und Wasserstoffsuperoxyd entsteht. Diese Frage schien berechtigt, weil ein Atom des im Superoxyd enthaltenen Sauerstoffes ozonartige Eigenschaften zeigt. Bei diesen Untersuchungen, über welche ich später zu berichten gedenke, bin ich auf einige That-sachen gestossen, denen die nachfolgende Mittheilung gilt.

Gelber Phosphor entwickelt bereits beim Erwärmen mit Wasser Phosphorwasserstoff, wie durch Bräunung eines mit Silbernitrat getränkten Papierstreifens festgestellt wurde. Zum weiteren Nachweis wurden die bei der Erwärmung entstehenden Dämpfe in Silbernitratlösung geleitet. Es trat zunächst eine Bräunung der Lösung ein. Allmählich entstand ein schwarzer Niederschlag, in welchem nach Oxydation mittels Salpetersäure und Ausfällung des Silbers Phosphorsäure durch Molybdänlösung oder Magnesiamischung nachgewiesen wurde. Wasserstoffsuperoxyd von 6 pCt. wirkt erst bei etwa  $60^\circ$  auf gelben Phosphor ein. Auch 30-proc. Wasserstoff-