

chlorid hat einen Schmp. von 144° ; es genügt aber schon ein Schmp. von etwa 137° , um die Brauchbarkeit zur Methoxylbestimmung zu gewährleisten (dies kann durch einmaliges, sorgfältiges Umkristallisieren, wie beschrieben, erreicht werden). Das gereinigte Pyridinhydrochlorid ist gut haltbar, wenn es in einer Schliffstöpselflasche im Exsiccator aufbewahrt wird. Vor seiner Verwendung bestimmt man den Wirkungswert des Pyridinhydrochlorids durch Lösen einer gewogenen Menge in Wasser und Titration mit Lauge und Phenolphthalein als Indicator.

Ausführung der Analyse: In einem Schliffkölbchen von etwa 10—20 ccm Inhalt mit Rückflußkühler und Chlorcalciumrohr werden 0.1—0.5 g des Phenoläthers mit der 5- bis 10-fachen gewogenen Menge Pyridinhydrochlorid versetzt und 3 bis 4 Stdn. im Ölbad (220°) erhitzt. Nach beendeter Reaktion wird der Inhalt des Kölbchens mit Wasser verdünnt und in einen 250-ccm-Meßkolben übergeführt; auch der Kühler wird gut mit Wasser durchgespült. Nach Auffüllen auf 250 ccm nimmt man zu einer Titration 25—50 ccm und titriert mit $n/10$ -Lauge und Phenolphthalein als Indicator.

$$\text{Methoxyl in \%} = \frac{(b \times n - x \times 0.01155) \times 31 \times 100}{a \times 115.5}$$

$a = \text{g Phenoläther}$, $b = \text{g Pyridinhydrochlorid}$, $n = \text{Wirkungswert des Pyridinhydrochlorids}$, $x = \text{verbrauchte ccm } n/10\text{-KOH (NaOH)}$, $0.01155 = 1 \text{ ccm } n/10\text{-Lauge auf Pyridinhydrochlorid umgerechnet}$. Mol.-Gew. des Pyridinchlorids: 115.5. Mol.-Gew. von CH_3O : 31.

Einwaage Phenoläther	Einwaage Py. HCl in g	Py. HCl gef. in g	Py. HCl verbr. in g (CH_3O in g)	Gef. CH_3O in %	Ber. CH_3O in %	Relativer Fehler in %
0.2226 g Anisol ...	2.9940	2.7600	0.2340 (0.0628)	28.21	28.63	1.46
0.2545 g Anisol ...	1.6321	1.3600	0.2721 (0.0733)	28.69	28.63	0.21
0.2842 g Anisol ...	2.0093	1.7050	0.3043 (0.0816)	28.75	28.63	0.42
0.4766 g Guajacol .	2.5605	2.1136	0.4469 (0.1199)	25.17	25.00	0.68
0.2472 g Guajacol .	3.9620	3.7290	0.2330 (0.0625)	25.30	25.00	1.20
0.3030 g Veratrol .	3.6460	3.1470	0.4990 (0.1339)	44.25	44.92	1.49
0.2182 g Veratrol .	2.9420	2.5780	0.3640 (0.0977)	44.80	44.92	0.25
0.2295 g Nerolin ..	2.2100	2.0440	0.1660 (0.0446)	19.42	19.60	0.90
0.1785 g Nerolin ..	2.3700	2.2400	0.1300 (0.0349)	19.59	19.60	0.05
0.2636 g Anethol ..	1.6120	1.4053	0.2067 (0.0555)	21.23	20.93	1.50
0.1555 g Anethol ..	2.4570	2.3370	0.1200 (0.0322)	20.73	20.93	0.95
0.1724 g Phenetol .	3.0060	2.8420	0.1640 (0.0638)	36.68	36.86	0.50
0.1502 g Phenetol .	2.2760	2.1370	0.1390 (0.0541)	36.06	36.86	2.10
0.2820 g Anissäure	2.0720	1.8480	0.2240 (0.0601)	21.20	20.39	3.97

Berichtigung.

Jahrg. 75 [1942], Heft 2, S. 200, Formel von Angelucci lies:

