

nicht im Thermostaten gearbeitet. Die Schwankungen des Wasserbades betragen in einzelnen Fällen bis  $2^{\circ}$ . Doch kompensiert sich dieser Fehler annähernd, da sämtliche Reihen den gleichen Schwankungen ausgesetzt waren. Da stets heiße Flüssigkeit abpipettiert wurde, hätte das spezifische Gewicht derselben in Rechnung gebracht werden müssen. Auch dies unterblieb, da auch dieser Fehler einigermaßen durch die Volumsvergrößerung der heißen Pipette ausgeglichen wird. Die Schwierigkeit, daß sich Acylderivate in der Pipette ausschieden, konnte bis zu einem gewissen Grade durch Vorwärmen derselben vermieden werden. Andere Fehlerquellen brachten wohl die Umstände, daß sich das Phenylhydrazin bei längerem Erhitzen bei  $100$  oder  $108^{\circ}$  bereits etwas zersetzt und daß bei öfterem Öffnen der Kölbchen zum Zwecke des Pipettierens das Verdampfen des Reaktionsgemisches wohl nicht ganz im Verhältnis seiner Komponenten vor sich geht. Die größte Schwierigkeit brachte die Beobachtung des Farbenumschlages mit sich, da sich die Lösung offenbar durch die oben erwähnte spurenweise Zersetzung der Base bald gelb bis braun färbt. Auch durch Versuche mit anderen Indikatoren ließ sich dieser Übelstand nicht beseitigen. Die geringen Zeitschwankungen, dadurch verursacht, daß in einzelnen Fällen das Pipettieren infolge hartnäckigen Aufsteigens von Gasblasen im Kapillarende der Pipette längere Zeit in Anspruch nahm, haben wohl nur geringen Einfluß.

Da die Versuche sämtlich in Gegenwart von Acylderivat vorgenommen wurden und die Titration darauf beruhte, daß das Acylderivat im Gegensatz zum primär gebildeten Salz keine merkliche hydrolytische Spaltung zeigt, wurde folgender Versuch gemacht:

4·146 g reines, bei  $100^{\circ}$  getrocknetes Acetylphenylhydrazin wurde in  $100\text{ cm}^3$  Wasser 2 Stunden am Rückflußkühler im Wasserbad gekocht, entsprechend der Vornahme der übrigen Titrationen mit etwas kaltem Wasser verdünnt und titriert. Es ergab sich ein Verbrauch von  $0\cdot5\text{ cm}^3\text{ }1/10$  normaler Barytlösung, entsprechend einer hydrolytischen Spaltung von  $0\cdot18\%$ , welche demnach mit sehr kleiner Geschwindigkeit verläuft. Dieser Fehler darf wohl bei der Titration unberücksichtigt