

| VII.      |                                    |
|-----------|------------------------------------|
| 0.19190 = | 26.50 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.26895 = | 37.13 » $\text{SnO}_2$             |
| 0.26340 = | 36.37 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |
| 0.72425   | 100.00                             |

| VIII.     |                                    |
|-----------|------------------------------------|
| 0.18610 = | 25.91 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.26895 = | 37.43 » $\text{SnO}_2$             |
| 0.26340 = | 36.66 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |
| 0.71845   | 100.00                             |

| IX.       |                                    |
|-----------|------------------------------------|
| 0.15520 = | 20.29 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.26895 = | 35.16 » $\text{SnO}_2$             |
| 0.34070 = | 44.55 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |
| 0.76485   | 100.00                             |

| X.        |                                    |
|-----------|------------------------------------|
| 0.17470 = | 19.80 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.26895 = | 30.49 » $\text{SnO}_2$             |
| 0.43850 = | 49.71 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |
| 0.88215   | 100.00                             |

| VII.                   |   |
|------------------------|---|
| 0.1372 Sb              | 0.1919 = 26.50 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.2119 Sn              | 0.2695 = 37.21 » $\text{SnO}_2$             |
| 0.9331 $\text{BaSO}_4$ | 0.2645 = 36.52 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |

| VIII.                  |   |
|------------------------|---|
| 0.1329 Sb              | 0.1859 = 25.87 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.2106 Sn              | 0.2678 = 37.28 » $\text{SnO}_2$             |
| 0.9360 $\text{BaSO}_4$ | 0.2653 = 36.84 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |

| IX.                    |   |
|------------------------|---|
| 0.1108 Sb              | 0.1550 = 20.26 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.2104 Sn              | 0.2686 = 34.98 » $\text{SnO}_2$             |
| 1.2200 $\text{BaSO}_4$ | 0.3458 = 45.21 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |

| X.                      |   |
|-------------------------|---|
| 0.1247 Sb               | 0.1744 = 19.77 pCt. $\text{Sb}_2\text{S}_3$ |
| 0.2098 Sn               | 0.2660 = 30.15 » $\text{SnO}_2$             |
| 1.54865 $\text{BaSO}_4$ | 0.4390 = 49.76 » $\text{As}_2\text{O}_3$    |

Aachen, 7. April 1885.

## 217. Jos. Langer: Ueber isomere Sulfosäuren des Thiophens.

(III. Mittheilung.)

(Eingegangen am 11. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

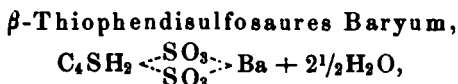
Zur Ergänzung der von mir kürzlich über Thiophendisulfosäuren gemachten Mittheilungen habe ich noch einige weitere Versuche angestellt, über die ich mir hiermit zu berichten erlaube.

Die durch ihr Chlorid und Amid bereits gekennzeichnete  $\beta$ -Thiophendisulfosäure (aus Dibromthiophendisulfosäure<sup>1)</sup> wurde im freien Zustande dargestellt und dann in ihr Baryumsalz übergeführt.

<sup>1)</sup> Nachzutragen ist noch, dass das in meiner ersten Abhandlung des genaueren beschriebene Dibromthiophendisulfosäureanhydrid aus Benzol umkrystallisirt, in schönen, ganz flachen Nadeln erhalten wurde.

Freie  $\beta$ -Thiophendisulfosäure,  $C_4SH_2 \begin{matrix} \leftarrow SO_3H \\ SO_3H \end{matrix}$ .

Verseift man das Sulfochlorid durch kochendes Wasser, so erhält man eine Lösung von Salzsäure und freier Sulfosäure. Letztere, auf dem schon des Oefteren beschriebenen Wege von der Chlorwasserstoffsäure getrennt, bildet eine gelblichweisse, krystallinische, in Wasser leicht lösliche Masse von saurem Geschmacke und saurer Reaction. Sättigt man ihre wässerige Lösung in der Kochhitze mit kohlensaurem Baryt, so bildet sich



dasselbe krystallisirt in schönen, perlmutterglänzenden Blättchen und ist in kaltem Wasser ziemlich schwer, leichter in heissem löslich. Zur Reinigung wurde es aus heissem Wasser umkrystallisirt. Es enthält  $2\frac{1}{2}$  Moleküle Krystallwasser, wie folgende Analysen ergaben:

I. 0.1239 g lufttrockene Substanz verloren bei  $130^\circ C$ . getrocknet, 0.0129 g Wasser, d. i. 10.41 pCt.

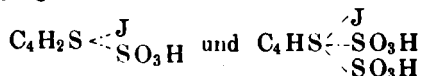
II. 0.0960 g Salz geben bei  $130^\circ C$ . 0.0101 g Wasser ab, oder 10.50 pCt.

Berechnet für  $2\frac{1}{2}$  Mol.  $H_2O$  10.61 pCt.

Baryumbestimmung (im wasserfreien Salze): 0.111 g Substanz gaben 0.0673 g  $BaSO_4$ , entsprechend 0.03957 g Ba, also 35.65 pCt. — Berechnet: 36.14 pCt.

Ich habe ferner die Versuche, Jodthiophen zu sulfuriren, auch dahin abgeändert, dass ich diesen Körper allmählich in rauchende Schwefelsäure eintropfen liess. Die Sulfurirung geht hier ziemlich glatt vor sich, und es entwickeln sich bei langsamem und vorsichtigem Arbeiten keine, oder nur wenig Joddämpfe. Man schüttelt um und giesst dann das Reaktionsgemisch in Wasser, worin sich dasselbe mit grünlichbrauner Farbe löst. Da Vitriolöl im Ueberschusse angewendet worden war, vermuthete ich, dass sich nur Disulfosäure bilden würde. Das scheint jedoch nicht der Fall zu sein; denn die Analyse eines auf diesem Wege durch nachherige Entjodung der gebildeten Jodsulfosäure gewonnenen Amides zeigte einen Stickstoffgehalt von 9.87 pCt. gegenüber 8.59 pCt. Stickstoff für ein Mono- und 11.57 pCt. Stickstoff für ein Disulfosäureamid, so dass also wahrscheinlich ein Gemenge von Mono- und Disulfosäure vorliegt. Es wird daher jedenfalls nöthig sein, die Bedingungen der Sulfurirung des Jodthiophens

noch genauer zu studiren, wenn man sicher zu einer oder der andern von den beiden, jüngst von mir beschriebenen Säure:



gelangen will.

Zürich, Laboratorium des Professor V. Meyer.

## 218. R. Ulbricht: Zur Gerbstoffbestimmung nach der Löwenthal'schen Methode.

(Eingegangen am 14. April.)

Auf S. 1373 des 15. Jahrganges dieser Berichte theilten die Herren C. Counciler und J. v. Schroeder mit, dass das von Neubauer angenommene Reduktionsverhältniss zwischen der Oxal- und Galläpfelgerbsäure und dem Kaliumpermanganat (63 : 41.2) zu hoch sei und dass sie dasselbe zu 63 : 34.19 — 34.30 gefunden hätten. Aus einem »Bericht über die Verhandlungen der Commission zur Feststellung einer einheitlichen Methode der Gerbstoffbestimmung« von Dr. C. Counciler »Nebst einer kritischen Originaluntersuchung über die Löwenthal'sche Methode« von Dr. J. v. Schroeder (Cassel 1885, Verl. v. Th. Förster) ist nun zu ersehen, dass das oben berührte Verhältniss ein innerhalb weiter Grenzen schwankendes und von der Versuchsausführung abhängiges ist.

Ich sehe mich nun genöthigt, hierzu zu bemerken, dass ich schon in Bd. 3 d. Annal. Oenol. ganz ausdrücklich die Umstände hervorgehoben habe, welche auf die Resultate nach Löwenthal-Neubauer's Methode ausgeführter Gerbstoffbestimmungen von Einfluss sind.<sup>1)</sup> An demselben Orte habe ich gesagt: »Ich ziehe es vor, den Titer des Permanganates auf Eisendoppelsalz oder Oxalsäure zu stellen, einseitigen aber der Gerbsäureberechnung die Neubauer'sche Relation . . . zu Grunde zu legen, weil dann später, wenn unsere Kenntnisse über die Gerbsäure und den Farbstoff im Weine genauere sein werden, die Resultate älterer Analysen umgerechnet werden können, was bei Titerstellungen auf Tannin unmöglich ist.«

<sup>1)</sup> Hr. Prof. Dr. J. v. Schroeder theilte mir mündlich mit, dass es ihm nicht gelungen wäre, sich meine Originalmittheilung zu verschaffen.