

0.1516 g Sbst.: 0.3282 g CO₂, 0.0854 g H₂O. — 0.1428 g Sbst.: 44.1 ccm N (26°, 754 mm).

C₈H₁₀N₄. Ber. C 59.26, H 6.17, N 34.57.
Gef. » 59.04, » 6.26, » 34.40.

Oxydation der 3(5)-Dipyrazyläthan-3(5)-dicarbonsäure.

3.37 g Dicarbonsäure wurden mit 140 ccm $\frac{1}{10}$ -n.-Kalilauge unter Rückfluss gekocht und 8.52 g gepulvertes Kaliumpermanganat allmählich eingetragen. Nach $\frac{1}{2}$ -stündigem Kochen wurde die vom Mangansuperoxyd abfiltrirte Lösung mit verdünnter Salzsäure versetzt. Der krystallinische Niederschlag wurde aus 30-procentiger Salzsäure umkrystallisirt und bei 120° getrocknet. Die Ausbeute betrug ca. 3 g.

Die Substanz erwies sich als Pyrazol-3-5-dicarbonsäure (Zersetzungspunkt 289°, Knorr und Macdonald, Ann. d. Chem. 279, 218).

0.1504 g Sbst.: 0.2122 g CO₂, 0.0366 g H₂O. — 0.1420 g Sbst.: 22.9 ccm N (24°, 747 mm).

C₅H₄N₂O₄. Ber. C 38.46, H 2.56, N 17.95.
Gef. » 38.48, » 2.70, » 17.94.

Zur weiteren Charakterisirung wurde das schwer lösliche Kaliumsalz dargestellt. Die Säure wurde in Kalilauge gelöst und die Lösung mit überschüssigem Eisessig versetzt.

0.2648 g Salz: 0.1164 g K₂SO₄.

C₅H₃N₂O₄K. Ber. K 20.10. Gef. K 19.74.

Durch Destillation der Säure wurde schliesslich Pyrazol gewonnen. Die Base krystallisirte aus Ligroïn in dünnen Nadeln vom Schmp. 70°. Ihr Pikrat zeigte den Schmp. 159—160°.

196. Br. Pawlewski: Ueber Dichte, Brechungsvermögen und Gehalt der Lösungen von Natriumwolframat.

(Eingegangen am 24. April.)

Angeichts der in verschiedenen Richtungen verfolgten, ziemlich zahlreichen Untersuchungen der Wolframate will ich einen Theil der von mir für wolframsaures Natrium erhaltenen Resultate bezüglich des Gehaltes, der Dichte und des Brechungsvermögens der wässrigen Lösungen dieses Körpers bekannt geben.

Das wolframsaure Natrium krystallisirt mit 2 Mol. Krystallwasser, welches bereits nach längerem Stehen im Exsiccator über Schwefelsäure oder beim Erhitzen auf 100° leicht vollständig abgegeben wird. Die Formel WO₄Na₂ · 2 H₂O (M.-G. = 330.14) verlangt 10.91 pCt. Wasser, und einen solchen Verlust erhält man im Exsiccator

nach Verlauf von einigen Tagen oder beim Erwärmen im Trockenschrank auf 100°.

Die in chemischen Lehrbüchern ¹⁾ gemachten Angaben, dass wolframsaures Natrium in 4 Theilen kalten und in 2 Theilen siedenden Wassers löslich ist, sind nicht genau, wie aus der untenstehenden Tabelle ersichtlich ist, sowie auch aus unmittelbaren Löslichkeitsbestimmungen, die ich hier nicht anführe.

In der Tabelle sind die Angaben der Columnen D_{20}^{20} , n_D^{20} und WO_4Na_2 unmittelbar bestimmt worden, die Angaben der Columnen D_4^{20} und $WO_4Na_2 \cdot 2 H_2O$ aber berechnet. Die Berechnungen wurden mit Hilfe folgender Formeln ausgeführt:

$$D_4^{20} = D_{20}^{20} \times (0.99827 - 0.00120) + 0.00120$$

$$WO_4Na_2 \cdot 2 H_2O = (p \times 330.14) : 294,$$

wo p das gefundene Percent WO_4Na_2 bedeutet.

No.	D_{20}^{20}	D_4^{20}	n_D^{20}	WO_4Na_2	$WO_4Na_2 \cdot 2 H_2O$
				pCt.	pCt.
1	1.02016	1.01837	1.33586	2.21	2.48
2	1.03945	1.03760	1.33868	4.26	4.78
3	1.04292	1.04106	1.33901	4.59	5.15
4	1.05831	1.05641	1.34065	6.25	7.01
5	1.07449	1.07254	1.34244	7.83	8.79
6	1.08209	1.08012	1.34336	8.61	9.66
7	1.09687	1.09486	1.34516	10.08	11.31
8	1.12114	1.11905	1.34793	12.30	13.81
9	1.13036	1.12825	1.34902	13.16	14.77
10	1.14392	1.14177	1.35064	14.44	16.21
11	1.16896	1.16673	1.35376	16.56	18.62
12	1.19154	1.18925	1.35664	18.52	20.79
13	1.19933	1.19706	1.35752	19.10	21.44
14	1.20787	1.20553	1.35830	19.74	22.16
15	1.21720	1.21483	1.35933	20.59	23.11
16	1.25041	1.24795	1.36290	23.16	25.99
17	1.25083	1.24836	1.36297	23.30	26.15
18	1.26234	1.25984	1.36469	24.05	27.00
19	1.28143	1.27887	1.36648	25.46	28.58
20	1.33993	1.33720	1.37306	29.50	33.11
21	1.38826	1.38539	1.37934	32.68	36.68
22	1.41072	1.40779	1.38137	33.91	38.06
23	1.47193	1.46882	1.38697	37.30	41.87
24	1.48181	1.48166	1.38871	38.20	42.87
25	1.48595	1.48279	1.38890	38.43	43.14

Lemberg. Chemisch-technisches Laborat. der k. k. technischen Hochschule.

¹⁾ z. B. Roscoe u. Schorlemmer, Ausführliches Lehrbuch der Chemie, 1879, II, 670 u. s. w.