

Die alkoholische Lösung des Oeles mit Eisenchlorid versetzt, färbt sich beim Erwärmen intensiv orange-gelb.

0.0781 g Sbst.: 0.2371 g CO₂, 0.0760 g H₂O. — 0.1492 g Sbst.: 8.4 ccm N (20.3°, 753 mm).

C₁₆H₂₅N. Ber. C 83.11, H 10.82, N 6.06.

Gef. » 82.80, » 10.75, » 6.16.

Ich bin damit beschäftigt, weitere aromatische Amine der Terpan- und Camphan-Reihe mit geeigneten 1.4-Diketonen zu condensiren und ihre Oxydationsproducte zu untersuchen.

Meinem Privatassistenten, Hrn. Dr. Sautermeister, danke ich bestens für seine geschickte Hülfe.

34. B. Glassmann: Ueber eine neue jodometrische Bestimmungsmethode der Alkaliheptamolybdate¹⁾.

(Eingegangen am 24. December 1904.)

Gelegentlich einer Untersuchung über die Einwirkung des Jodid-Jodat-Gemisches auf einige saure Salze, zum Zwecke ihrer jodometrischen Bestimmung²⁾, fand ich, dass eine wässrige Lösung von Ammoniumheptamolybdat aus dem erwähnten Gemisch Jod in Freiheit setzt.

Die quantitative Verfolgung dieser Reaction ergab, dass die wässrige Lösung der Heptamolybdate in der Wärme, langsamer in der Kälte, aus dem Jodid-Jodat-Gemisch Jod ausscheidet, in Folge der Hydrolyse der obigen Molybdate zu neutralem Salz und freier Molybdänsäure, welche Letztere mit dem Gemisch analog den anderen Säuren reagirt.

Nach den Zersetzungsgleichungen:

1. $3(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} + 12\text{H}_2\text{O} = 9(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 + 12\text{H}_2\text{MoO}_4$,
2. $20\text{KJ} + 4\text{KJO}_3 + 12\text{H}_2\text{MoO}_4 = 12\text{K}_2\text{MoO}_4 + 12\text{J}_2 + 12\text{H}_2\text{O}$,
entspricht 1 Gew.-Th. (NH₄)₆Mo₇O₂₄ + 4H₂O 0.822 Gew.-Th. Jod.

Zur Ausführung der Methode

bringt man 0.2—0.3 g eines Heptamolybdats nebst 0.5 g Jodkalium und 0.1 g Kaliumjodat in den Destillirkolben des Bunsen'schen Apparates, giebt so viel destillirtes Wasser hinzu, dass der Kolben etwa zu zwei Drittel gefüllt ist, erhitzt zum Sieden bis zum Aus-

¹⁾ H. Euler, Dissert., Berlin 1895.

²⁾ Diese Berichte 37, 189 [1904].

treiben der Joddämpfe, vereinigt die noch bräunlich gefärbte Lösung in dem Kölbchen von zurückgehaltenem Jod mit dem Hauptinhalte der Retorte und titrirt mit Thiosulfat.

Analytische Belege.

Gehalt der verwendeten Lösungen:

1 ccm Ammoniummolybdat = 0.0204 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} + 4 \text{H}_2\text{O}$.

1 • Thiosulfat = 0.0248 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 5 \text{H}_2\text{O}$.

1 » » = 0.0127 g Jod.

Titrationstabelle.

ccm der Lösung	Angewandt	Verbraucht	Gefunden	Differenz
	= in g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ + 4 H_2O	in ccm Thiosulfat	in g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ + 4 H_2O	in mg
10	0.2040	13.25	0.2047	+ 0.7
10	0.2010	13.25	0.2033	- 0.7
20	0.4080	26.40	0.4080	0
20	0.4080	26.45	0.4087	+ 0.7
5	0.1020	6.60	0.1020	0

Wie aus den Belegen zu ersehen ist, lässt sich diese Methode zu einer sehr genauen Bestimmung der Heptamolybdate verwenden. Ueber die Einwirkung des Jodid-Jodat-Gemisches auf die Polywolframate hoffe ich, in kurzem zu berichten.

Odessa, den 20. December 1904. Laboratorium der »Société Anonyme des Produits Chimiques et Huilières«.

35. Oscar Bally: Ueber eine neue Synthese in der Anthracenreihe und über neue Küpenfarbstoffe¹⁾.

(Vorläufige Mittheilung.)

[Mittheilung aus dem Laboratorium der Badischen Anilin- und Soda Fabrik in Ludwigshafen am Rhein.]

(Eingeg. am 24. December 1904; mitgeth. in der Sitzung von Hrn. O. Diels.)

Bei dem Studium der Einwirkung von Glycerin auf β -Amidoanthracinon in Gegenwart wasserentziehender Mittel wurde die interessante Beobachtung gemacht, dass die Reaction nicht bei der Pyridin-Ringbildung stehen bleibt, sondern dass ein weiteres Molekül Glycerin einbezogen wird, welches Veranlassung zu einer neuen Ringbildung giebt.

¹⁾ Diese Arbeit bildet den Gegenstand einer Anzahl Patentanmeldungen der Bad. Anilin- u. Soda-Fabrik.