

mit Entzündungsgemisch und Zündkirsche in Reaction gebracht; wir erhielten 52 g geschmolzenes Molybdän statt  $55\frac{1}{2}$  g (Ausbeute 93 pCt.). Bei Verwendung kleinerer Mengen (40 oder 60 g Molybdändioxyd) betrug die Ausbeute natürlich weniger und zwar 70—80 pCt.

Zur Analyse wurde das Metall in Salpeter-Salz-Säure gelöst, wobei ein wenig Kieselsäure ungelöst blieb. Aus dem Filtrate wurden Aluminium und Eisen mit Ammoniak und überschüssigem Ammoniumsulfid gefällt, und aus dem Filtrate davon das Molybdän durch Ansäuern, bezw. Einleiten von Schwefelwasserstoff in das Endfiltrat abgeschieden; der Molybdänniederschlag wurde im Gooch-Tiegel gesammelt und nach gelindem Erhitzen im Wasserstoffstrom als Molybdädisulfid gewogen.

0.4190 g Sbst.: 0.0030 g  $\text{SiO}_2$ , 0.0020 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$ , 0.6883 g  $\text{MoS}_2$ .  
 — 0.1218 g Sbst.: 0.0010 g  $\text{SiO}_2$ , 0.0010 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$ , 0.1996 g  $\text{MoS}_2$ .  
 Gef.  $\text{SiO}_2$  0.7, 0.8,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$  0.5, 0.8,  $\text{Mo}_2$  98.6, 98.3.

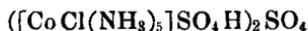
Kiel, Chemisches Universitätslaboratorium.

### 536. Heinrich Biltz und Ernst Alefeld:

Zusammensetzung des sauren Chloro-pentammin-kobaltisulfats.

(Eingegangen am 8. October 1906.)

Jørgensen<sup>1)</sup> hat ausser dem neutralen auch ein saures Sulfat der Chloro-pentammin-kobaltreihe beschrieben, dem er auf Grund von Analysen die complicirte Formel  $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]_4\text{SO}_4(\text{SO}_4\text{H})_6$  beilegte. Wir stellten nach seiner vortrefflichen Vorschrift dies schöne Salz als ein einfaches Beispiel für ein Salz, dessen gesamtter Chlorgehalt complex gebunden ist, her, erhielten aber bei der Analyse abweichende Werthe, die zu der einfacheren Formel

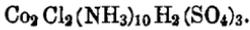


führten.

Zur Chlor- und  $\text{SO}_4$ -Bestimmung wurden abgewogene Substanzproben mit einer starken Lösung von reinem Natriumhydroxyd gekocht und die beim Ansäuern mit Salpetersäure erhaltenen Lösungen zunächst mit Silbernitrat- und dann mit Baryumchlorid-Lösung gefällt. Kobalt wurde durch Abrauchen mit concentrirter Schwefelsäure und schwaches Glühen des Rückstandes, Ammoniak durch Destillation mit Natronlauge und Titration bestimmt.

0.4274 g Sbst.: 0.2020 g  $\text{CoSO}_4$ . — 0.4534 g Sbst.: 0.2130 g  $\text{CoSO}_4$ . — 0.3186 g Sbst.: 0.1420 g  $\text{AgCl}$ , 0.3459 g  $\text{BaSO}_4$ . — 0.3458 g Sbst.: 0.1556 g  $\text{AgCl}$ , 0.3743 g  $\text{BaSO}_4$ . — 0.3298 g Sbst.: 50.38 cem  $\frac{n}{10}$ -Säure. — 0.3052 g Sbst.: 46.26 cem  $\frac{n}{10}$ -Säure.

<sup>1)</sup> S. M. Jørgensen, Journ. für prakt. Chem. [2] 18, 210 [1878].



Ber. Co 18.2, Cl 10.9, SO<sub>4</sub> 44.4, NH<sub>3</sub> 26.3.

Gef. » 18.0, 17.9, » 11.0, 11.1, » 44.7, 44.5, » 26.1, 25.9.

Aus einer mit Salpetersäure angesäuerten Lösung des Salzes wurde bei Zimmertemperatur mit Silbernitrat kein Silberchlorid gefällt; beim Kochen schied sich Silberchlorid langsam ab. Aber auch nach zweistündigen Kochen war die Fällung nicht quantitativ: es wurden so 10.4 und 10.7 pCt. Chlor in dem Salze gefunden.

Kiel, Chemisches Universitätslaboratorium.

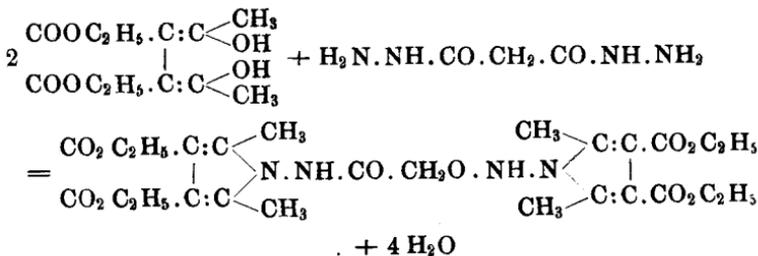
### 537. Carl Bülow und R. Weidlich: Condensationsproducte von Dihydraxiden zweibasischer Säuren.

[Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Univers. Tübingen.]

(Eingegangen am 8. October 1906.)

C. Bülow<sup>1)</sup> hat gezeigt, dass Pyrrolderivate entstehen, in denen eine Amidogruppe am Kernstickstoff hängt, wenn man Hydrazin in eisessigsaurer Lösung auf Diacetbernsteinsäure-ester einwirken lässt. Diese Reaction wurde dann auf Säurehydrazide übertragen<sup>2)</sup>.

Wir haben nun gefunden, dass auch die von Curtius hergestellten Dihydraxide der Malon- und Bernstein-Säure, sowie das von uns neu gewonnene der Monomethylmalonsäure in analoger Weise reagiren. Lässt man z. B. das erstgenannte auf jenes 1.4-Diketon einwirken, so geht die Condensation nach der Gleichung:



<sup>1)</sup> C. Bülow, diese Berichte 35, 4311 [1902].

<sup>2)</sup> Ebenda und diese Berichte 37, 2424 [1904]; 38, 2366, 3914 [1905]; 39, 647 [1906].