

löslich in Alkohol und Aceton, schwer in Äther, Benzol und Chloroform, sehr schwer in Wasser.

0.1412 g Sbst.: 0.3184 g CO₂, 0.0466 g H₂O. — 0.1236 g Sbst.: 12.1 ccm N (15°, 712 mm).

C₁₃H₈O₄N₂. Ber. C 60.94, H 3.12, N 10.94.

Gef. » 61.49, » 3.67, » 10.87.

Titration¹⁾: 0.2825 g brauchen in wäßriger Lösung 11.2 ccm $\frac{1}{10}$ -n. KOH (ber. (11.04 ccm)).

Aus der Lösung des neutralen Natriumsalzes wird durch überschüssige Essigsäure das in kaltem Wasser sehr schwer lösliche saure Natriumsalz gefällt, das aus heißem Wasser in farblosen Nadeln krystallisiert.

0.1292 g Sbst.: 0.0158 g Na₂SO₄.

C₁₃H₈O₄N₂ + C₁₃H₇O₄N₂.Na. Ber. Na 4.3. Gef. Na 3.97.

Titration in wäßriger Lösung: 0.1985 g Sbst. brauchen 3.8 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Kalilauge (ber. 3.72 ccm).

Hrn. Dr. W. Meiser und Dr. L. Rothlauf danke ich für ihre eifrige Mitwirkung bei diesen Versuchen.

180. M. Dittrich: Über ein Hilfsmittel bei der Titration des Eisenoxyduls in Silicaten nach Pebal-Dölter.

(Eingegangen am 3. April 1911.)

• Bei der Titration des Eisens in Silicaten nach Pebal-Dölter, also nach Aufschluß mit Fluß- und Schwefelsäure, kommt es häufig vor, daß der Aufschluß im Tiegel nicht vollständig erfolgt, und daß Teile des Silicatpulvers unaufgeschlossen am Boden festkleben, welche selbst bei mehrfachem Umrühren während des Aufschlusses nicht in Lösung zu bringen sind. Liegen Mineralien vor, so müssen diese dann im Rohr nach der alten unbequemen Methode von Berzelius mit starker Schwefelsäure bei höherer Temperatur zerlegt werden. Bei Gesteinen werden aber deren Komponenten nicht immer von Schwefelsäure allein aufgeschlossen, und die Bestimmung des Eisenoxyduls wird dadurch unsicher.

Diese Störungen treten immer bei stark basischen, kieselsäurearmen und magnesiareichen Mineralien und Gesteinen auf, wie z. B.

¹⁾ Bei Titration der Säure in alkoholischer Lösung ist der Umschlag unscharf und tritt erst nach Zusatz von ca. $\frac{3}{4}$ der berechneten Menge Alkali ein, was auf die Bildung eines Dikaliumsalses hindeutet.

bei Olivin und olivinführenden Gesteinen. Um diesen Übelstand zu vermeiden, wurde versucht, den Kieselsäure-Gehalt des Minerals bzw. Gesteins durch Zusatz von Kieselsäure zu erhöhen. Verwendet man hierzu Kieselsäure, welche aus Wasserglas durch Säuren abgeschieden, also äußerst feinpulvrig ist, so hat dies keinen Vorteil, da derartige Kieselsäure zunächst von der Flußsäure gelöst wird, ehe das Mineral selbst angegriffen wird. Vermischt man aber das Mineralpulver mit nicht allzu fein gepulvertem Quarz, so erhält man dadurch einen glatten Aufschluß. Der Angriff der Flußsäure auf den Quarz dauert jetzt viel länger als bei Verwendung der feinpulvrigen Kieselsäure, und diese Zeit genügt, um das durch den Quarzpulver-Zusatz mechanisch aufgelockerte Mineral- bzw. Gesteinspulver der Einwirkung des Säuregemisches vollkommen zugänglich zu machen. Gleichzeitig bleibt auch der benutzte Platintiegel vollständig blank, während er sonst bei derartigen Aufschlüssen weißliche, festhaftende Ansätze aufwies, welche erst durch Schmelzen mit Soda entfernt werden mußten.

Heidelberg. Privatlaboratorium des Verfassers.

131. F. W. Semmler und E. Schoßberger:
Zur Kenntnis der Bestandteile ätherischer Öle. (Enolisierung
des Citrals; Darstellung von Isogeraniol, C₁₀H₁₈O).

(Eingegangen am 31. März 1911.)

In mehreren Arbeiten wurde von dem einen von uns¹⁾ der Beweis geliefert, daß sich Aldehyde, welche neben der CHO-Gruppe ein oder mehrere labile Wasserstoffatome besitzen, durch Kochen mit Essigsäureanhydrid und Natriumacetat in esterartige Verbindungen überführen lassen; diese Ester wurden *enol*-Acetate genannt²⁾. Die untersuchten Aldehyde, wie *tricyclo*-Eksantalal, Phenylacetaldehyd, Citronellal usw., wiesen alle eine Atomgruppierung auf, bei welcher bei der Enolisierung keine Konstitutionsänderungen zu erwarten waren.

¹⁾ B. 42, 584, 962, 1161, 2014 [1910].

²⁾ Aus meinen Arbeiten über die Gewinnung von Monoacetaten aus Aldehyden geht zweifellos hervor, daß aus den gleichzeitig gewonnenen Diacetaten ebenfalls das Monoacetat entsteht. Hiernach liegt wohl nichts näher, als anzunehmen, daß aus den Aldehyden zunächst Diacetate entstehen, die alsdann durch Essigsäure-Abspaltung Monoacetate liefern. Ich habe niemals auf einem anderen Standpunkte gestanden; hiermit erübrigen sich die Bemerkungen von A. Wohl und R. Maag (B. 43, 3291 [1910]), aus denen man event. annehmen könnte, daß ich jemals anderer Ansicht gewesen wäre. Meine Ar-