

0.1546 g Sbst.: 0.4625 g CO<sub>2</sub>, 0.1308 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>N.C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>. Ber. C 81.98, H 9.3.

Gef. • 81.60, » 9.4.

Frisch destillirt, stellt die Base ein wasserhelles Oel von schwach aromatischem Geruch dar. Beim Stehen färbt sie sich allmählich gelb. Mit Platinchlorwasserstoffsäure liefert sie das bereits von Lellmann beschriebene wasserhaltige Platindoppelsalz, welches sich bei 187° anfängt zu schwärzen und bei 190° ganz zersetzt ist.

0.2532 g Sbst.: 0.0643 g Pt.

(C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>N.C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>.HCl)<sub>2</sub>PtCl<sub>4</sub> + 2 H<sub>2</sub>O. Ber. Pt 25.39. Gef. Pt 25.39.

Die Ausbeute an der tertiären Base ist eine nahezu theoretische (aus 18 g Dibromid 12 g statt 12.5 g).

Von den vielen Synthesen, zu denen nunmehr bei der leichten Zugänglichkeit des 1.5-Dibrompentans der Weg eröffnet erscheint, ist bereits eine Anzahl in Angriff genommen worden. Ich möchte daher die Fachgenossen bitten, mir dieses Arbeitsgebiet für einige Zeit zu überlassen.

#### 489. A. Wolff und R. Wolffenstein: Quantitative Bestimmung des wirksamen Sauerstoffs in organischen Persulfaten.

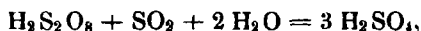
(Eingegangen am 21. Juli 1904.)

Der wirksame Sauerstoff der anorganischen Persulfate wird in einfacher Weise in der Art bestimmt, dass man eine abgewogene Menge Substanz mit einer Lösung von überschüssigem Mohr'schen Salz erhitzt, und den nicht oxydirten Antheil durch  $\frac{1}{10}$ -Kaliumpermanganatlösung zurücktitrirt.

Diese Methode kann bei den organischen Persulfaten aus dem Grunde keine Anwendung finden, da selbst unter der Annahme, dass das Mohr'sche Salz leichter von den Persulfaten oxydirt wird, als die organische Substanz, ein Zurücktitriren mit Kaliumpermanganatlösung, der organischen Substanz wegen, ausgeschlossen ist.

Die folgende Arbeitsweise umgeht diese Schwierigkeit.

Die Methode beruht darauf, dass man der Lösung der organischen Persulfate schweflige Säure hinzusetzt, wobei nach folgender Formelgleichung:



die schweflige Säure durch die Perschwefelsäure zur Schwefelsäure oxydirt wird, die als Baryumsulfat zur Abscheidung und Bestimmung gelangt.

Zu den Versuchen verwendet man eine in der Kälte gesättigte, wässrige Lösung von schwefliger Säure, die mit etwas Chlorbaryumlösung versetzt ist. Vor der Ausführung des Versuches wird diese Lösung filtrirt, wobei man zweckmässig behufs Gewinnung eines klaren Filtrats zerriebene Filterfasern zufügt. Dann wird diese Lösung mit der abgewogenen Menge des Persulfates und etwas Salzsäure in einem Erlenmeyer-Kolben, der mit einem Bunsen-Ventil versehen ist, bis zum Verschwinden des Geruchs nach schwefliger Säure erhitzt. Nach dem Erkalten wird das gebildete Baryumsulfat abfiltrirt und gewogen.

Bei der Berechnung des wirksamen Sauerstoffs ist zu berücksichtigen, dass von dem erhaltenen Baryumsulfat  $\frac{2}{3}$  dem Schwefel der Ueberschwefelsäure zufallen, während  $\frac{1}{3}$  für den disponiblen Sauerstoff in Rechnung zu setzen ist.

Zur Controlle dieser Methode wurden zuerst Vergleichs-Bestimmungen mit Kaliumpersulfat vorgenommen.

#### Kaliumpersulfat.

0.4050 g Sbst.: 1.0228 g  $\text{BaSO}_4$ .

$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ . Ber. O 5.93. Gef. O 5.78.

Durch Titration mit Mohr'schem Salz und  $\text{KMnO}_4$ : Gef. O 5.73.

Von Bestimmungen organischer Persulfate seien die folgenden Belegzahlen angeführt.

#### 1. Chinolinpersulfat.

0.2675 g Sbst.: 0.4410 g  $\text{BaSO}_4$ . — 0.2090 g Sbst.: 0.2975 g  $\text{BaSO}_4$ .

$(\text{C}_9\text{H}_7\text{N})_2\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ . Ber. O 3.54. Gef. O 3.74, 3.26.

#### 2. Chinaaldinpersulfat.

0.2400 g Sbst.: 0.3590 g  $\text{BaSO}_4$ .

$(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N})_2\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ . Ber. O 3.33. Gef. O 3.42.

#### 3. Acridinpersulfat.

0.1685 g Sbst.: 0.2285 g  $\text{BaSO}_4$ .

$(\text{C}_{13}\text{H}_9\text{N})_2\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ . Ber. O 2.89. Gef. O 3.04.

#### 4. Neutrales Chininpersulfat.

0.1780 g Sbst.: 0.1485 g  $\text{BaSO}_4$ .

$(\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_2)_2\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ . Ber. O 1.90. Gef. O 1.91.

Organ. Labor. der Königl. Techn. Hochschule Charlottenburg.