

	Gefunden	Berechnet für Pt . Cl ₄ [(C ₇ H ₇) ₃ PO] ₃
C	58.54 pCt.	58.20 pCt.
H	5.21 -	4.98 - .

Palladiumdoppelsalz. Durch Fällung einer alkoholischen Lösung des Oxyds mit Palladiumchlorür erhalten. Braunrothe, krystallinische Masse.

0.2028 g gaben 0.4962 g Kohlensäure und 0.088 g Wasser.

	Gefunden	Berechnet für Pd . Cl ₂ [(C ₇ H ₇) ₃ PO] ₃
C	66.75 pCt.	66.65 pCt.
H	4.81 -	5.50 - .

Eisendoppelsalz. Schwefelgelbe Prismen, die beträchtliche Grösse erreichen. 0.1336 g gaben, mit Kupferoxyd verbrannt, 0.2896 g Kohlensäure und 0.0636 g Wasser.

0.337 g gaben nach der Zersetzung mit Wasser 0.0412 g Eisenoxyd; 0.3492 g gaben 0.2386 g Chlorsilber.

	Gefunden	Berechnet für Fe ₂ Cl ₆ [(C ₇ H ₇) ₃ PO] ₃
C	59.04 pCt.	58.84 pCt.
H	5.28 -	4.90 -
Fe	8.55 -	8.72 -
Cl	16.62 -	16.61 - .

Quecksilberdoppelsalz. Schöne, farblose Prismen oder plattgedrückte Pyramiden.

0.1702 g gaben, mit Kupferoxyd verbrannt, 0.3838 g Kohlensäure und 0.073 g Wasser.

	Gefunden	Berechnet für Hg . Cl ₂ [(C ₇ H ₇) ₃ PO] ₃
C	61.25 pCt.	61.42 pCt.
H	5.30 -	5.118 - .

Kobaltdoppelsalz. Blaue Nadeln.

0.108 g gaben, mit Kupferoxyd verbrannt, 0.2744 g Kohlensäure und 0.0624 g Wasser.

	Gefunden	Berechnet für Co Cl ₂ [(C ₇ H ₇) ₃ PO] ₃
C	69.43 pCt.	69.35 pCt.
H	6.40 -	5.89 - .

Wien, Juli 1880.

409. J. Louis Eisenberg: Ueber eine Trennung des Trimethylamins von seinen Begleitern im käuflichen Trimethylaminchlorhydrat.

[Aus dem chemischen Laboratorium des Professor E. Lippmann in Wien.]
(Eingegangen am 12. August.)

Die Trennung tertiärer Basen von primären und sekundären gründet sich nach A. W. Hofmann auf ihr verschiedenes Verhalten gegen Oxaläther. Oft erscheint die Darstellung dieses Aethers oder die Trennung selbst zu zeitraubend und umständlich und deswegen eine andere Scheidungs-methode wünschenswerth. Bunsen hat be-

kanntlich das Caesium von Rubidium und Kalium durch Auskochen der Platindoppelsalze dieser Alkalien mit Wasser getrennt. Ein ganz analoges Verhalten konnte das Platindoppelsalz des Trimethylamins gegenüber jenem der primären und sekundären Methylbase zeigen.

Das käufliche Chlorhydrat stellt nun, wie nach den Untersuchungen von Vincent und Duvivier bekannt ist, ein complexes Gemenge von Methyl-, Dimethyl-, Trimethyl-, Propyl-, Buthylamin u. s. w. vor und wird durch trockne Destillation der Melassenschlempe dargestellt, von dessen Zusammensetzung wohl seine eigene abhängt. Das zu dieser Untersuchung verwendete Material wurde aus der bekannten, chemischen Fabrik von Hrn. Th. Schuchardt in Görlitz bezogen und gleicht einem braunen, nach Häring riechenden Syrup. Zur Abscheidung des Salmiaks wurde dieser zur Trockne eingeengt und der Rückstand mit absolutem Alkohol (des Handels) aufgenommen. Nach längerem Stehen dieser Lösung scheiden sich Salmiakkrystalle aus, deren Filtrat nach vollständiger Entfernung des Alkohols mit Aetzkali längere Zeit gekocht wird; die hierbei zwischen 20—30° C: entweichenden Dämpfe werden in verdünnter Salzsäure aufgefangen.

Die zur Trockne eingedampften Chlorhydrate werden in absolutem Alkohol gelöst, mit Platinchlorid gefällt, das sich ausscheidende, gelbe Doppelsalz mit Alkohol gewaschen, getrocknet und analysirt. Der Platingehalt wurde um 1 pCt. zu niedrig, der Kohlenstoff zu hoch gefunden, was für eine Verunreinigung durch höhere Homologe spricht. Durch 4—5maliges Auskochen mit absolutem Alkohol fiel der Platingehalt, bis er 36.97, 36.972, 36.93, 37.056 pCt. erreichte.

Die vollständige Analyse der Doppelsalze ergab:

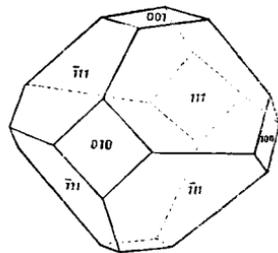
	Gefunden		Berechnet für PtCl ₆ H ₂ [N (CH ₃) ₃] ₂
	I.	II.	
C	13.47	13.42 pCt.	13.5 pCt.
H	3.82	3.84 -	3.77 -
N	5.71	—	5.51 -
Pt	37.056	—	37.16 -

Das so erhaltene, orangerothe Salz krystallisirt in Oktaëdern (Hofmann), deren Messung Professor Ditscheiner so freundlich war mir mitzuthellen:

Krystallsystem-tesserral

beobachtete Flächen . . . 111.100
 Combination 111.100

	Beobachtet	Berechnet
111 $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	= 70° 34'	70° 32'
111 $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	= 109° 29'	108° 28'
111 010	= 54° 41'	54° 44'
001 010	= 90° 4'	90° 0'



Aus dem gereinigten Doppelsalze wurde das Trimethylaminchlorhydrat durch die Behandlung desselben mit Schwefelwasserstoff, Abfiltriren, Auswaschen des Schwefelplatin und Einengen des Filtrats dargestellt. Dasselbe stellt eine krystallinische, hygroskopische Masse vor.

	Gefunden		Berechnet für
	I.	II.	$(\text{CH}_3)_3\text{N}, \text{HCl}$
Cl	37.219	37.19 pCt.	37.172 pCt.

Betreffs der Löslichkeit des Doppelsalzes in Alkohol stellte Herr Fleissner folgende Versuche an:

1) 1.148 g wurden mit 100 ccm absoluten Alkohols gekocht. Der schnell auf einem bei 105°C . getrockneten Filter gesammelte Niederschlag wog trocken 1.1158 g. Verlust = 0.0322 g = 2.8 pCt.

2) 0.9866 g, mit 100 ccm Alkohol gekocht, gaben einen Niederschlag von 0.9612 g. Verlust = 2.64 pCt.

Die Schwerlöslichkeit des Platindoppelsalzes in Alkohol wird hierdurch bewiesen, während nach A. W. Hofmann das Trimethylaminchloroplatinat viel leichter in Wasser löslich ist, wie das entsprechende Salz der secundären Methylbase und das letztere sich wieder durch grössere Löslichkeit von jenem des Methylamins unterscheidet.

410. Amé Pictet: Ueber die Darstellung der Isodibrombernsteinsäure, ihr Anhydrid und ihre Aether.

(Mittheilung aus dem chemischen Institut der Universität Bonn.)

(Eingegangen am 12. August.)

In seiner zweiten Mittheilung¹⁾: „Ueber Fumar- und Maleinsäureäther“ hatte Hr. Anschütz unter anderem die Absicht ausgesprochen die Einwirkung von Brom auf Maleinsäureanhydrid und die Abspaltung von Bromwasserstoff aus dem Reaktionsprodukt zu studiren. Diese Versuche habe ich auf seine Veranlassung ausgeführt. Die Hoffnung, auf diesem Wege glatt zur Isodibrombernsteinsäure zu gelangen, deren Aether womöglich in Dioxbernsteinsäureäther übergeführt werden sollen, wurde nicht getäuscht. Die Kenntniss der Isodibrombernsteinsäureäther war ferner erwünscht, da Anschütz die Beobachtung gemacht hatte, dass bei der Einwirkung von Brom auf Maleinsäureäther, unter noch nicht genau ermittelten Bedingungen, statt der krystallisirten Aether der gewöhnlichen Dibrombernsteinsäure Flüssigkeiten erhalten wurden, die nicht zum Krystallisiren zu bringen waren.

¹⁾ Diese Berichte XII, 2281.