

Osmiums mit dem Atomgewichte 198.5 hinter dem Golde, während es mit höchster Wahrscheinlichkeit mit etwa 192 vor das Iridium zu stellen ist. Es wäre sehr zu wünschen, dass erneute Untersuchungen hierüber Sicherheit brächten; ein schöner Erfolg dürfte für die mit dieser Arbeit verknüpften Kosten und Gefahren belohnen.

### 163. A. Spiegel: Ueber die Vulpinsäure.

Vorläufige Mittheilung.

[Mittheilung aus dem chem. Laborat. der Akad. der Wissensch. in München.]  
(Eingegangen am 3. April; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Die in Heft 4 erschienene Abhandlung Rügheimer's<sup>1)</sup> über Phenylbernsteinsäure veranlasst mich zu einer vorläufigen Mittheilung über dieselbe Säure.

Eines der in meiner ersten Mittheilung über die Vulpinsäure<sup>2)</sup> erwähnten Reduktionsprodukte der letzteren besitzt die Formel  $C_{17}H_{16}O_3$  und zerfällt beim Schmelzen mit Kali in Toluol und Phenylbernsteinsäure  $C_{17}H_{16}O_3 + H_2O = C_{10}H_{10}O_4 + C_7H_8$ .

Um letztere zu identificiren habe ich sie auf synthetischem Wege dargestellt und zwar unter Anwendung der Conrad'schen Malonsäurereaktion. Durch Einwirkung von Phenylchloressigsäureäthyläther auf Natriummalonsäureäther und Verseifen des erhaltenen Produktes erhielt ich Phenylcarboxylbernsteinsäure, die in Wasser leicht löslich ist, bei  $191^{\circ}$  unter Abgabe von Kohlensäure schmilzt und dabei in Phenylbernsteinsäure resp. deren Anhydrid verwandelt wird.

Die synthetisch dargestellte Phenylbernsteinsäure stimmt in ihren Eigenschaften mit der aus Vulpinsäure erhaltenen überein. Beide krystallisiren im reinen Zustande aus Wasser in rosettenförmig vereinigten, kurzen, spitzen, farblosen Nadelchen. Der Schmelzpunkt der synthetischen Säure liegt bei  $166^{\circ}$ , der der aus Vulpinsäure erhaltenen bei  $166-167^{\circ}$ . Die Analysen gaben stimmende Zahlen.

Beim Erhitzen für sich oder besser beim Kochen mit Essigsäureanhydrid liefern beide dasselbe Anhydrid, das im ungereinigten Zustande bei  $45-50^{\circ}$  schmilzt.

Rügheimer giebt für seine Phenylbernsteinsäure den Schmelzpunkt  $159.5-162^{\circ}$  an und möchte ich darauf hinweisen, dass es wiederholter Reinigungen bedarf, um einen scharfen Schmelzpunkt zu

<sup>1)</sup> Diese Berichte XIV, 428.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XIII, 1629.

erhalten. Jedenfalls wäre vollkommene Uebereinstimmung unserer Angaben über die Eigenschaften der nun schon auf vier verschiedene Arten erhaltenen Phenylbernsteinsäure wünschenswerth.

Die im Obigen mitgetheilten Resultate hatte ich schon zu Anfang dieses Jahres erhalten, muss jedoch ihre ausführliche Mittheilung bis zum Abschluss der durch die Ferien unterbrochenen Untersuchung des Reduktionsproduktes der Vulpinsäure verschieben.

München, 19. März 1881.

#### 164. Theodor Wilm: Ueber das Verhalten von Palladium, Rhodium und Platin zu Leuchtgas.

(Eingegangen am 4. April; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

In diesen Berichten IX, 1713 hat Wöhler das merkwürdige Verhalten des Palladiums gegen Aethylen beschrieben.

Versuche, welche ich in Folge einer bei Metallbestimmungen in gewissen Palladiumverbindungen durch einfaches Glühen im Tiegel stets auftretenden Abscheidung von Kohlenstoff unternahm, wobei ich mich statt des reinen Aethylens des gewöhnlichen Leuchtgases bediente, ergaben dasselbe Resultat, wie es von Wöhler beobachtet ist; es wurde nämlich erst beim Glühen des in einer Kugelhöhre von schwer schmelzbarem Glase befindlichen Palladiumschwammes Kohlenstoff abgeschieden. — Die Art der Abscheidung aber, so wie auch die Abänderung des Versuchs im Tiegel, welcher jene merkwürdige Erscheinung noch deutlicher erkennen lässt, bestimmten mich, das Verhalten zu Kohlenstoff resp. Leuchtgas nicht allein am Palladium, sondern auch in derselben Weise am Rhodium und Platin zu studiren, die einzigen Metalle der Platingruppe, welche ich bis jetzt im Verlaufe meiner Arbeiten in reinem Zustande erhalten habe.

Zu den Versuchen mit Palladium diente das schön gelbe, krystallinische Palladosammoniumchlorid, dessen Reinheit durch wiederholte Analysen festgestellt war. — Es enthielt statt 50.31 pCt. Palladium und 33.60 pCt. Chlor — 50.20 pCt. Palladium und 33.2 pCt. Chlor.

Zersetzt man eine gewogene Menge dieser Verbindung in einem Porzellantiegelchen vorsichtig über einem gewöhnlichen Bunsen'schen Gasbrenner und glüht nach Entweichung allen Salmiaks das rückständige, graue, schwammig poröse Metall stärker, so färbt sich letzteres stellenweise grünblau, kupferroth bis violett und schwarz, während sich um dasselbe schwarze Ringe und Flecken bilden, welche die inneren Wände des Tiegels, gleichsam an ihnen heraufkriechend, immer höher bedecken, und glüht man darauf den Tiegel, bei lose