

Unlöslich in Wasser, schwer löslich in Aether und kaltem Alkohol, leicht löslich in heissem Alkohol, Benzol und Eisessig, in concentrirter Schwefelsäure mit smaragdgrüner Farbe löslich.

Aus Toluylaldehydcyanhydrin schieden sich nach 5-tägigem Stehen im Vacuum gelbe Krystalle ab, die, aus Alkohol umkrystallisirt, den Schmp. 178° zeigten, und dem aus Benzalcyanhydrin entstehenden Körper entsprechende Zusammensetzung besitzen dürften.

0.2315 g Sbst.: 14.05 ccm N (10.5°, 758 mm).

$C_{26}H_{24}O_3N_2$ . Ber. N 7.07. Gef. N 7.22.

Aus einem Gemisch von 35 g Benzalcyanhydrin, 17 g Anisaldehyd und 100 g 1 pCt. Salzsäure enthaltendem Alkohol schieden sich 12 $\frac{7}{8}$  g feiner Krystalle ab, die, aus Alkohol umkrystallisirt, den Schmp. 224° zeigten.

0.2177 g Sbst.: 0.599 g CO<sub>2</sub>, 0.1041 g H<sub>2</sub>O. — 0.2458 g Sbst.: 15.6 ccm N (11°, 755 mm).

$C_{26}H_{20}O_3N_2$ . Ber. C 75.00, H 5.29, N 7.30.

Gef. » 75.04, » 5.36, » 7.52.

Die Untersuchungen werden fortgeführt.

Eine ebenfalls mehr oder weniger zufällige Beobachtung ergab, dass sich Benzaldehyd, ebenso Toluylaldehyd und wohl auch die übrigen Aldehyde, wie mit Natriumbisulfit, so auch mit Quecksilberchlorid zu einem wenig beständigen Additionsproduct verbinden.

100 ccm in der Kälte gesättigter Quecksilberchloridlösung wurden mit 30 Tropfen Benzaldehyd geschüttelt, worauf sich ein weisser, flockiger Körper ausschied, der getrocknet stark nach Benzaldehyd roch und beim Aufbewahren sich nach einiger Zeit schwach rosa färbte. Derselbe wird beim Kochen in wässriger Lösung vollständig in Quecksilberchlorid und Benzaldehyd zerlegt.

3.652 g Sbst.: 0.9311 g Benzalazin (Benzaldehyd bei Wasserdampfdestillation in Hydrazinsulfatlösung aufgefangen), 2.2546 g HgS.

$C_6H_5.CHO$ , HgCl<sub>2</sub>. Ber.  $C_6H_5.CHO$  28.12, HgCl<sub>2</sub> 71.78.

Gef. » 25.99, » 72.11.

## 259. Julius Meyer: Das Atomgewicht des Selens.

(Vorläufige Mittheilung).

[Aus dem chemischen Institut der Universität Göttingen].

(Eingegangen am 18. April 1902).

Von den Atomgewichtsbestimmungen des Selens ist diejenige von Pettersson und Ekman<sup>1)</sup> mit dem Werthe 79.08 bisher als die zuverlässigste betrachtet worden. Eine neuere Untersuchung von Victor Lenher<sup>2)</sup> hat die bedeutend grösseren Werthe 79.329 und 79.285 ergeben.

<sup>1)</sup> Pettersson und Ekman, diese Berichte 9, 1210.

<sup>2)</sup> Victor Lenher, Journ. Amer. chem. Soc. 20, 555; chem. Centralblatt 1898 II, 657.

Bei meiner Untersuchung<sup>1)</sup> ging ich, ebenso wie es in jenen beiden Arbeiten geschehen ist, von dem Silbersalze der selenigen Säure aus. Aber während das Silberselenit dort einem pyrogenen Process unterworfen wurde, indem Pettersson und Ekman das Silber durch starkes Erhitzen des Salzes als solches abschieden und Lenher es im erhitzten Rohr in das Chlorid überführte, habe ich das Metall aus einer Cyankalium-Lösung durch den elektrischen Strom niedergeschlagen. Besondere Sorgfalt war natürlich auf die Reindarstellung des Ausgangsmaterials, des selenigsauren Silbers, zu verwenden. Das Silber wurde aus dem käuflichen Silbernitrat durch Milchzucker und Kalilauge ausgefällt, im Rössler'schen Gasofen zusammengeschmolzen und vor dem Gebläse nach Stas<sup>2)</sup> auf seine Reinheit untersucht. Da es sich hier ganz einwandfrei verhielt, wurde es von aussen gereinigt und in reiner Salpetersäure gelöst. Die selenige Säure wurde aus Selen gewonnen, welches durch Hydrazinsulfat aus reinem sublimirten Selendioxyd reducirt war. Sie war durch Baryumhydroxyd von Selensäure befreit und mehrmals im Vacuum sublimirt worden. Ihr Aussehen war ein rein weisses. Das durch Fälln dieser selenigen Säure durch das reine Silbernitrat erhaltene Silberselenit wurde noch zweimal aus salpetersaurer Lösung umkrystallisirt, mit heissem destillirtem Wasser gewaschen und 5 Stunden bei 105° getrocknet. Es bildete so ein weisses, feinkrystallinisches Pulver, welches beim Erhitzen im einseitig geschlossenen Röhrchen keine Spur Wasser abgab, und auch nicht nach Stickoxyden roch. Zur Ausföhrung der Elektrolyse wurde es in reinem Cyankalium gelöst, das ich mir durch Einleiten reinen Cyanwasserstoffes in reine Kalilauge hergestellt hatte. Das käufliche Kaliumeyamid ist nämlich nur 98—100-proc. und zersetzt sich bei der Elektrolyse unter Abscheidung brauner Flocken. Die Lösung wurde während des Processes durch einen Mikrobrenner auf eine Temperatur von 60—70° erhalten. Das Silber wurde in einer mattirten Platinschale von ungefähr 36 g Gewicht niedergeschlagen, in welche eine scheibenförmige Platinanode tauchte. Den Strom entnahm ich einer grossen Gölcher'schen Thermosäule und bediente mich zur Regulirung der Spannung der von Küster und Steinwehr<sup>3)</sup> angegebenen Anordnung der Apparate. Die Badspannung konnte an einem in 0.05 V eingetheilten Voltmeter von Hartmann und Braun in Frankfurt a. M. abgelesen werden. Damit ein fester, gleichförmiger Niederschlag erzielt wurde, musste der grösste Theil des Silbers mit geringer Spannung (2.25—2.5 Volt) ausgefällt werden. War die

<sup>1)</sup> Genaueres siehe in der Zeitschr. anorg. Chem.; cf. auch Zeitschr. anorg. Chem. 30, 258.

<sup>2)</sup> J. S. Stas, Recherches I, 320.

<sup>3)</sup> Küster und Steinwehr, Zeitschr. Electrochemie 4, 451 [1897].

Elektrolyse weiter fortgeschritten, dann wurde die Badspannung mit Hilfe des Gleitwiderstandes allmählich auf 3.65 Volt gesteigert. Wie aus folgender Tabelle hervorgeht, hat die Silberausscheidung nach 9 Stunden ihr Ende erreicht. Um vollständig sicher zu gehen, setzte ich sie aber stets 12—14 Stunden fort, heberte dann die Lösung vorsichtig ab und elektrolysierte noch einige Zeit mit reinem Wasser.

No.	Ag <sub>2</sub> SeO <sub>3</sub>	Ag <sub>2</sub>	pCt. Ag	Zeit
1.	0.9550	0.5972	62.53	3 Std.
2.	0.5838	0.3669	62.85	5 »
3.	0.6112	0.3844	62.89	6 »
4.	0.5152	0.3241	62.91	9 »

Zur Berechnung des Atomgewichtes des Selen wurden nur ganz einwandfreie Niederschläge benutzt, welche eine gleichmässige, gelblichgraue, matte Farbe zeigten und nicht durch Flecke u. s. w. entstellt waren. Von 18 Bestimmungen genühten nur die fünf folgenden den geforderten Bedingungen. Die abgeheberten Lösungen wurden eingedampft, die selenige Säure hinwegsublimirt und das Silber, welches etwa noch vorhanden war, ausgefällt. Es waren 0.0002 g. Die Gewichte sind auf den luftleeren Raum bezogen.

No.	Ag <sub>2</sub> SeO <sub>3</sub>	Ag <sub>2</sub>	pCt. Ag	Molekulargew. von Ag <sub>2</sub> SeO <sub>3</sub>	Se
1.	0.5152	0.3241	62.907	343.14	79.28
2.	0.5237	0.3295	62.915	343.10	79.24
3.	1.6964	1.0672	62.910	343.08	79.22
4.	1.8793	1.1826	62.928	343.03	79.17
	2.1460	1.3503	62.922	343.06	79.20
		0.0002			
	6.7606	4.2538	62.9203	343.07	79.21

Das Atomgewicht des Selen ergibt sich als Mittel von 5 Bestimmungen von 79.22, resp. unter Beachtung des nachträglich ausgeschiedenen Silbers 0.0002 g zu 79.21.

## 280. Emil Fischer: Ueber Betaïnaurochlorat.

(Eingegangen am 23. April 1902.)

Vor mehreren Jahren habe ich angegeben, dass beim Umkrystallisiren des Betaïnaurochlorats aus warmem Wasser etwas Salzsäure zugefügt werden muss, und dass das so erhaltene Salz von der Zusammensetzung C<sub>3</sub>H<sub>12</sub>NO<sub>2</sub>AuCl<sub>4</sub> nicht den von Brieger angegebenen Schmp. 209° habe, sondern erst zwischen 230° und 235° unter starker Gasentwicklung schmelze<sup>1)</sup>. Zu anderen Resultaten ist kürzlich Hr. Willstätter gelangt<sup>2)</sup>. Er fand, dass das Salz auch

<sup>1)</sup> Diese Berichte 27, 167 [1894].

<sup>2)</sup> Diese Berichte 35, 597 [1902].