

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  $C_3H_{12}NO_2AuCl_4$  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].

beim Kochen mit Wasser keine Zersetzung erleide, den Schmp. 209° habe und den für die obige Formel berechneten Goldgehalt besitze.

Ich habe deshalb die Versuche wiederholt und muss meine Behauptung aufrecht erhalten. Benutzt wurde einerseits das käufliche salzsaure Betaïn, bezogen von Kahlbaum, und andererseits ein Betaïn, das ich vor längerer Zeit von Hrn. Scheibler geschenkt erhielt. In beiden Fällen hat sich übereinstimmend folgendes Resultat ergeben:

Wird das in der Kälte aus Betaïhydrochloratlösung durch Goldchlorid gefällte Salz aus sehr verdünnter warmer Salzsäure (0.5-—1-proc.) umkrystallisirt, so erhält man schöne, gelbe Blättchen, welche unter dem Mikroskop ziemlich unregelmässige Formen zeigen. Nach dem Trocknen im Vacuum über Schwefelsäure haben sie den für obige Formel berechneten Goldgehalt.

$C_5H_{12}O_2N AuCl_4$ . Ber. Au 43.14. Gef. Au 42.98, 43.05, 43.16, 43.03.

Beim Erhitzen im Capillarrohr hängt es von der Schnelligkeit der Temperaturerhöhung ab, wo die Schmelzung unter starker Gasentwicklung stattfindet. Beim raschen Erhitzen tritt dies meistens erst gegen 245° (corr. 250°) ein, bei langsamerem Erhitzen kann es auch 10° niedriger erfolgen.

Ganz anders verhielten sich die aus reinem Wasser krystallisirten Proben, die schon äusserlich von den Ersteren zu unterscheiden sind. Nach dem Trocknen im Vacuum über Schwefelsäure schmolzen sie in der Regel unter starker Gasentwicklung gegen 209°, wie Brieger und Willstätter beobachteten. (Ganz constant ist der Schmelzpunkt natürlich nicht.) Aber sie hatten dann einen erheblich niedrigeren Goldgehalt.

Gef. Au 40.90, 40.56, 40.49, 40.63, 40.43.

Diese Zahlen würden am besten auf die Formel  $C_5H_{12}O_2N Cl_4 Au + 1\frac{1}{2}H_2O$  passen, wofür sich 40.7 pCt. Gold berechnet.

Ich bemerke aber, dass das Wasser nicht direct bestimmt wurde.

Einige Male wurden auch beim Umkrystallisiren aus reinem warmem Wasser Präparate von höherem Goldgehalt gefunden.

Gef. Au 41.93, 41.64, 41.88.

Dann lag aber auch der Schmelzpunkt etwas höher, gegen 220°. Bei diesen Versuchen war das destillirte Wasser nochmals unter Zusatz von etwas Schwefelsäure destillirt.

Endlich wurden noch verschiedene Proben zuerst aus Salzsäure umkrystallisirt und, nachdem die Zusammensetzung durch Bestimmung des Goldgehaltes controllirt war, aus heissem Wasser krystallisirt. Auch hier war der Schmelzpunkt wieder auf 209° und dementsprechend der Goldgehalt erniedrigt.

Gef. Au 40.73, 40.70, 40.35.

Umgekehrt konnte der Schmelzpunkt des Salzes 209° durch Umkrystallisiren aus heisser, verdünnter Salzsäure wieder auf 245° erhöht werden.

Aehnliche Beobachtungen über die Zusammensetzung des Goldsalzes, die allerdings nicht im Einzelnen in der Abhandlung angeführt sind, haben mich früher veranlasst, das Umkrystallisiren aus verdünnter Salzsäure zu empfehlen, weil man nur dann sicher ist, für das bei gewöhnlicher Temperatur getrocknete Salz den richtigen Goldgehalt zu finden. Dass man ausserdem für das aus reinem Wasser krystallisirte Präparat noch den Schmelz- bezw. Zersetzungs-Punkt 209° mit zur Identificirung benutzen kann, ist selbstverständlich.

## 261. W. Marckwald: Ueber die Trennung der Amylalkohole des Fuselöles, III<sup>1)</sup>.

[Aus dem II. chemischen Universitätslaboratorium zu Berlin; vorgetragen in der Sitzung vom Verfasser.]

(Eingegangen am 19. April 1902.)

In einer früheren Mittheilung habe ich eine keineswegs erschöpfende Uebersicht über die Veröffentlichungen gegeben, welche sich mit der Trennung der Amylalkohole des Fuselöles nach der Pasteur'schen oder Le Bel'schen Methode beschäftigen. Hr. J. Kondakow legt Gewicht darauf, festgestellt zu sehen, dass er sich in Gemeinschaft mit Goldberg gleichfalls mit diesen beiden Methoden beschäftigt hat<sup>2)</sup>. Im Ergebniss sind diese Autoren nicht über die Resultate anderer Forscher hinausgelangt.

Neuerdings hat Bémont<sup>3)</sup> eine Untersuchung über den Gährungs-amyalkohol veröffentlicht, bei welcher der Autor, gänzlich unkundig der einschlägigen Literatur, durch eine einfache fractionirte Destillation des Fuselöles zu reinem, activem Amylalkohol gelangt zu sein glaubt. Selbstverständlich liegt in dem dabei erzielten Product, dessen Drehungsvermögen  $[\alpha]_D = -0.9^\circ$  bis  $-1.5^\circ$  gefunden wurde, das be-

<sup>1)</sup> Vergl. diese Berichte 34, 479 und 485 [1901].

<sup>2)</sup> Journ. f. prakt. Chem. 54, 442 [1896]. Goldberg, Inaug.-Dissert. Dorpat 1896.

<sup>3)</sup> Compt. rend. 133, 1222 [1901].