

sulfochlorid die Base auf Zusatz von Alkali mit Wasserdampf abgeblasen. Dabei geht das

Isobutylpropylamin

sehr leicht als helles, auf dem Wasser schwimmendes, darin wenig lösliches Oel über. Es wird vom Wasser, nachdem dieses durch Zusatz von Pottasche von aufgelöster Base befreit ist, getrennt, mit Kali getrocknet und destillirt. Nach geringem Vorlauf siedet die Base constant bei 123° (768 mm). Sie ist wenig kaustisch und riecht zugleich basisch und nach Fuselöl.

Die Reinheit wurde durch Titration gegen $\frac{1}{10}$ -norm. Salzsäure — Methylorange als Indicator — festgestellt.

0.2542 g Sbst. verbrauchten 22.15 ccm $\frac{1}{10}$ -norm. HCl.

Ber. für $C_7H_{17}N$ 22.10 „ „

Das salzsaure Salz der Base bildet weisse, luftbeständige, in Wasser und Alkohol leicht, in kaltem Aceton schwer, in heissem mässig lösliche Krystalle. Es schmilzt bei 275° , schon vorher stark sublimirend.

$C_7H_{18}NCl$. Ber. Cl 24.1. Gef. Cl 24.4.

Das Platindoppelsalz wird in orangefarbenen, in kaltem Wasser mässig, in heissem Wasser, sowie in Alkohol leicht löslichen Krystallen erhalten, die bei $187-188^{\circ}$ schmelzen.

$(C_7H_{17}N)_2 \cdot H_2PtCl_6$. Ber. Pt 30.5. Gef. Pt 30.6.

Das Golddoppelsalz fällt in gelben Kryställchen aus, die in kaltem Wasser schwer, in heissem Wasser leicht, in Alkohol sehr leicht löslich sind und bei $187-188^{\circ}$ schmelzen.

$C_7H_{17}N \cdot HAuCl_4$. Ber. Au 43.3. Gef. Au 43.3.

515. P. Melikoff und S. Lordkipanidze: Fluorhyperborate.

(Eingegangen am 7. December.)

In der vorigen Notiz¹⁾ über die Fluorhyperborsäure haben wir gezeigt, dass bei der Einwirkung von Wasserstoffhyperoxyd auf fluorborsaures Kalium sich eine Verbindung bildet, deren empirische Zusammensetzung durch die Formel $B_4K_4F_{14}O_{11}$ ausgedrückt wird. Wenn man das Salz von dieser Zusammensetzung in einem Ueberschuss von Wasserstoffhyperoxyd löst und auf diese Lösung Alkohol einwirken lässt, so bildet sich ein klebriger Niederschlag, welcher rasch zu einem krystallinischen Pulver erstarrt. Diese Krystalle haben

¹⁾ Diese Berichte 82, 3349.

unter dem Mikroskop die Form durchsichtiger isotroper Kugeln. Das Salz ist in Wasser löslich und entwickelt beim Erwärmen energisch Sauerstoff. Sein Verhalten zu schwacher, sowie auch zu concentrirter Schwefelsäure ist dasselbe, wie das des früher beschriebenen Salzes.

0.4897 g Sbst.: 0.503 g KBFl_4 .

0.2720 g Sbst.: 61.4 ccm KMnO_4 -Lösung (1 ccm = 0.00084 g Sauerstoff).

0.2327 g Sbst.: 51.1 ccm KMnO_4 -Lösung (" = " "),

0.4881 g Sbst.: 0.3404 g K_2SO_4 .

0.4587 g Sbst.: 0.3190 g K_2SO_4 .

$\text{K}_2\text{B}_2\text{F}_2\text{O}_6 + \text{H}_2\text{O}$. Ber. O (act.) 19.08, B 8.73, K_2O 37.3.

Gef. " " 18.96, 18.8, " 8.96, " 37.67, 37.56.

Auf Grund des Verhältnisses zwischen dem activen Sauerstoff, Bor und Kalium (1.5 : 1 : 1) muss die empirische Zusammensetzung dieses Salzes durch die Formel $\text{K}_2\text{B}_2\text{F}_2\text{O}_6$ ausgedrückt werden; seine Constitution ist $\text{KO} \cdot \text{O} \cdot \text{BFl} \cdot \text{O} \cdot \text{O} \cdot \text{BFl} \cdot \text{O} \cdot \text{OK} + \text{H}_2\text{O}$. Also entspricht dieses Salz der Fluorhyperborsäure, deren Wasserstoff durch den Rest von Kaliumhyperoxyd (KO) ersetzt ist.

Das Ammoniumsalz, $(\text{NH}_4)_2\text{B}_2\text{F}_2\text{O}_6 + 3 \text{H}_2\text{O}$, haben wir durch Lösung von äquivalenten Mengen Borsäure und Fluorammonium in einer geringen Menge Wasser in einer Platinschale erhalten. In dieser Lösung wurde ein Ueberschuss von Wasserstoffhyperoxyd zugefügt und nach Zusatz von Ammoniak mit Alkohol gefällt: die erhaltene, weisse, krystallinische Masse wurde wieder in Wasserstoffhyperoxyd unter Erwärmen gelöst und nach Zusetzen einer geringen Menge von Ammoniak wieder mit Alkohol gefällt. Das so erhaltene Salz stellt ein weisses, krystallinisches Pulver dar, ist eine ziemlich beständige Verbindung und riecht in trockenem Zustande nach Ammoniak. Bei der Lösung in Wasser zersetzt sich das Salz, wobei der Ammoniakgeruch sehr deutlich hervortritt. Die wässrige Lösung des Salzes fängt beim Erwärmen an sich zu zersetzen, wobei Sauerstoff entwickelt und Ammoniumnitrit gebildet wird.

Die Analyse des frisch bereiteten Salzes ergab folgende Resultate:

0.2395 g Sbst.: 4 ccm $\frac{1}{2}$ -norm. H_2SO_4

0.3245 g Sbst.: 0.3393 g KBFl_4 .

0.1096 g Sbst.: 25.5 ccm KMnO_4 -Lösung (1 ccm = 0.00084 g Sauerstoff).

$(\text{NH}_4)_2\text{B}_2\text{F}_2\text{O}_6 + 3 \text{H}_2\text{O}$. Ber. O (act.) 19.51, NH_3 13.82, B 8.93.

Gef. " " 19.54, " 14.16, " 9.12.

Auf Grund des Verhältnisses zwischen Bor, Ammoniak und activem Sauerstoff (1 : 1 : 1.5) ergibt sich die empirische Zusammensetzung des Salzes zu $(\text{NH}_4)_2\text{B}_2\text{F}_2\text{O}_6 + 3 \text{H}_2\text{O}$; die Constitution des Salzes ist $(\text{NH}_4) \cdot \text{O} \cdot \text{O} \cdot \text{BFl} \cdot \text{O} \cdot \text{O} \cdot \text{BFl} \cdot \text{O} \cdot \text{O} \cdot (\text{NH}_4) + 3 \text{H}_2\text{O}$. Folglich ist dieses Salz nach dem Typus des Kaliumsalzes gebildet.

Während die Ueberborsäure nicht im Stande ist, salzartige Verbindungen mit Metallhyperoxyden zu bilden, ersetzt die Fluorhyperborsäure, welche sich von der Ueberborsäure dadurch unterscheidet, dass der Rest der Borsäure durch den Eintritt von Fluor vergrößert wird, sehr leicht den Wasserstoff durch den Rest der Metallhyperoxyde. Diese Beobachtung entspricht vollkommen denen welche der Eine von uns mit Hrn. Pissarjewski über den Zusammenhang zwischen der Beständigkeit der salzartigen Verbindungen und dem Atomgewichte der die Ueberborsäure bildenden Elemente gemacht hat¹⁾).

Odessa. Universität.

516. W. Marckwald: Ueber das Verhalten der Sulfamide primärer Amine gegen Alkali.

[Aus dem II. chemischen Universitäts-Laboratorium zu Berlin.]

(Eingegangen am 5. December.)

In einer kürzlich erschienenen Abhandlung von Wassily Ssolonina²⁾: »Ueber die Trennung von primären, secundären und tertiären Aminen nach der Methode von Hinsberg«, theilt der Verfasser Beobachtungen mit, welche nicht nur zu beweisen scheinen, dass die Hinsberg'sche Methode zur Trennung primärer und secundärer Amine in vielen Fällen unbrauchbar ist, sondern dass auch die Diagnose dieser Basen aus dem Verhalten ihrer Sulfamide gegen Alkali zu unrichtigen Schlüssen führen kann.

Ssolonina hat unter zahllosen anderen Sulfamiden auch das Benzolsulfoheptylamid aus *n*-Heptylamin dargestellt und diese Verbindung eben so wie die Benzolsulfamide des α -Camphylamins und α -Undecylamins im Gegensatz zu allen übrigen Sulfamiden primärer Amine und im Widerspruch also auch mit der Hinsberg'schen Regel alkalilunlöslich befunden.

Da ich vor Kurzem in Gemeinschaft mit Curtis C. Howard³⁾ die Constitution des Dimethylen- und Trimethylen-Imins aus der Unfähigkeit ihrer Benzol- bzw. Toluol-Sulfoverbindungen, Alkalisalze zu

¹⁾ Diese Berichte 31, 635.

²⁾ Journ. russ. phys.-chem. Ges. 31. 640. Chem. Centralblatt 1899, II, 867.

³⁾ Diese Berichte 32, 2036.