

des Rohres *C* offen bleiben kann, ohne dass das Eindringen eines zu starken Säureüberschusses in das untere Gefäß zu befürchten steht. Die Einwirkung der Salzsäure auf reines Zink wie auf Schwefeleisen vollzieht sich wesentlich langsamer, und in diesen Fällen empfiehlt es sich daher sehr, den Säurezufluss in der beschriebenen Weise zu beschränken. Benutzt man reines Stangenzink, so ist es rathsam, der zur ersten Beschickung des Apparates verwendeten Säure etwas Kupfersulfat beizumischen.

Eine sehr einfache, übrigens nicht neue, jedoch sehr zu empfehlende Abänderung des Apparates besteht darin, dass man zwischen dem Gasentwickler und der Waschflasche ein ausgezogenes Rohr oder eine Capillare einschaltet, wodurch die Intensität des Gasstromes auf ein gewisses Maximum reducirt wird. Hierdurch wird nicht nur einer Gasverschwendungen vorgebeugt, sondern auch eine grössere Gleichförmigkeit des Gasstromes erreicht.

Der neue Gasentwickelungsapparat kann von der Firma F. O. R. Goetze in Leipzig bezogen werden.

Universität Chicago, Mai 1904.

377. P. Köthner und E. Aeuer: Ueber das Atomgewicht des Jods.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 3. Juni 1904; vorgetragen von Hrn. Köthner in der Sitzung am 13. Juni.)

Vor 2 Jahren hatte Ladenburg eine neue Methode zur Darstellung von reinem Jod veröffentlicht¹⁾ beruhend auf der verschiedenen Löslichkeit der Silberhalogenide in Ammoniak; Ladenburg glaubte aus dem Jodsilber besonders Chlorsilber entfernen zu müssen, welches in geringen Mengen hartnäckig festgehalten und auch in den Stas'schen Präparaten vermutet wird. Dieses reine Jodsilber diente ihm zur Ermittelung des Atomgewichts von Jod²⁾; es wurde aus dem Verhältnis AgJ:AgCl abgeleitet; das Mittel aus 3 Bestimmungen ergab: 126.008 (126.960)³⁾.

Trotzdem die Einzelwerthe Ladenburg's eine ungewöhnlich gute Uebereinstimmung aufweisen, hat seine Zahl bisher keinen Eingang gefunden, denn seinen 3 Bestimmungen stehen 7 ältere Bestimmungen gegenüber, welche kein Geringerer als J. S. Stas nach 3 verschieden-

¹⁾ Diese Berichte 35, 1256 [1902]. ²⁾ Diese Berichte 35, 2275 [1902].

³⁾ Die eingeklammerten Zahlen beziehen sich auf O = 16.

nen Methoden mit einem maximalen Gesamtfehler von nur 0.04 Atomgewichtseinheiten ausgeführt hatte. Der von Stas gefundene Werth ist 125.90 (126.85); er wird auch durch Marignac's Untersuchungen gestützt. Andererseits aber war Scott¹⁾ schon vor Ladenburg auf Grund von 2 vorläufigen Bestimmungen zu den Werthen 126.01 und 126.03 (126.96 und 126.98) gelangt.

Somit stehen 2 Werthe für Jod einander gegenüber: 125.90 und 126.01, welche um 0.11 Einheiten von einander verschieden sind. Entweder enthielten nun sämmtliche Methoden von Stas und Marignac denselben constanten Fehler, oder aber die Methode Ladenburg's besitzt Fehler, welche die relativ grosse Abweichung von dem jetzt noch allgemein benutzten Werth für Jod verständlich machen.

Hierüber Klarheit zu schaffen war der Zweck einer Arbeit, welche der Eine von uns schon auf Grund der von Scott gewonnenen Resultate begonnen hatte, bevor Ladenburg's Arbeit erschien.

Diese Arbeit, über welche wir an anderer Stelle mit der für eine kritische Beurtheilung unserer Ergebnisse gebotenen Ausführlichkeit berichten werden, ergab zunächst, dass Ladenburg's Methode, beruhend auf der Ermittelung des Verhältnisses JAg:ClAg durch Umsetzen von Jodsilber im Chlorstrom, geringe Fehlerquellen enthält, dass diese aber nicht ausreichen, um die Abweichung von dem Stas'schen Werth zu erklären. Unsere Analysen, nach Ladenburg's Methode mit allen erforderlichen Vorsichtsmaassregeln, aber unter Vermeidung jener Fehlerquellen ausgeführt, ergaben als Mittel aus acht Bestimmungen für das Atomgewicht des Jods im luftleeren Raum den Werth 125.984 (126.936), also etwa 0.02 Einheiten niedriger als Ladenburg's Werth, aber noch 0.08 Einheiten höher als Stas's Werth.

Um nun die Genauigkeit unserer Arbeitsweise an den vorbildlichen Arbeiten von Stas zu prüfen, haben wir mehrere Analysen und eine Synthese mit einem Jodsilber ausgeführt, dem der Reinheitsgrad des von Stas verwendeten Präparates zukam; diese Bestimmungen führten sehr genau zu Stas's Wert: 125.89 (126.84).

Damit war erwiesen, dass die Behandlung von Jodsilber mit Ammoniak thatsächlich eine Reinigung bedeutet. Da nun eine einzige Methode zur Gewinnung von ganz reinem Jodsilber zur Bestätigung des höheren Werthes nicht genügt hätte, wurden verschiedene andere Methoden mit Erfolg verwerthet. Eine derselben soll hier erwähnt werden. Sie beruht auf der Gewinnung von Jod aus Jodäthyl, einer Flüssigkeit, welche bei ca. 72° siedet, während der Siedepunkt von Chloräthyl bei ca. 12°, der von Bromäthyl bei ca. 38° liegt. Auf

¹⁾ Proc. chem. Soc. 18, 112 [1902].

diese Weise gewannen wir aus sorgfältig fractionirtem, innerhalb 0.2° siedendem Jodäthyl ein Jod, welches von allen anderen Halogenen frei sein musste. Der hieraus gewonnene Jodwasserstoff wurde mit einer gewogenen und gelösten Menge Silber gefällt und das Jodsilber gewogen. Diese Synthese ergab das Atomgewicht des Jods (auf Luftleere reducirt) zu: 126.026 (125.978).

Schliesslich wurde noch eine Synthese von Jodsilber auf trocknem Wege ausgeführt, die unseres Erachtens nach ganz besonderes Vertrauen verdient. Diese Methode: Verbrennen von Silber im Jodstrom, ist neu und hat den Vorzug, dass sie sicher die untere Grenze für das Atomgewicht des Jods ergibt; denn alle Fehler derselben, beruhend auf Verlusten oder Unreinheit von Jod oder Silber, würden das Atomgewicht erniedrigen. Bei der Synthese von ca. 25 g Jodsilber gelangten wir zu dem Werth: 126.011 (126.963) [Vacuum].

Mit einer weiteren Prüfung dieser Zahl auf die Grenzen ihrer Genauigkeit sind wir noch beschäftigt. Ebenso werden wir zeigen, dass die Analysen, wie der oben gegebene Mittelwerth darthut, constant eine niedrigere Zahl ergeben müssen als die Synthesen.

Wir glauben aber schon jetzt mit Sicherheit sagen zu können, dass das Atomgewicht des Jods nicht kleiner sein kann als 126.011 (126.963).

Charlottenburg, Anorg.-Chem. Laborat., Techn. Hochschule.

378. H. B. Hill und F. W. Russe: Ueber die optischen Isomeren der β -Dihydrofuran- α , α' -dicarbonsäure.

(Eingegangen am 6. Juni 1904.)

A. S. Wheeler und der Eine von uns¹⁾ haben gezeigt, dass die » β -Dihydrofuran- α , α' -dicarbonsäure« von Seelig²⁾ die racemische Form darstellt, während die » α -Dihydrofuran- α , α' -dicarbonsäure« die inactive Modification dieser Säure ist. In der vorliegenden Mittheilung beschreiben wir die Zerlegung der β -Säure in ihre beiden optischen Isomeren, welche mit Hülfe einiger Alkaloidsalze derselben gelang.

Das Cinchoninsalz der *l*-Säure ist nur etwa halb so löslich wie das gleiche Salz der *d*-Säure, sodass ein fünfmaliges Umkristallisiren

¹⁾ Amer. chem. Journ. 25, 443 [1901].

²⁾ Diese Berichte 12, 1085 [1879]; vergl. auch Schrötter, Sitzungsber. d. k. Akad. d. Wiss., Wien, 97, 2b, 409 [1888].