

diese Weise gewannen wir aus sorgfältig fractionirtem, innerhalb 0.2<sup>o</sup> 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 trockenem 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  $\beta$ -Dihydrofurfuran- $\alpha$ ,  $\alpha'$ -dicarbonsäure.

(Eingegangen am 6. Juni 1904.)

A. S. Wheeler und der Eine von uns<sup>1)</sup> haben gezeigt, dass die  $\beta$ -Dihydrofurfuran- $\alpha$ ,  $\alpha'$ -dicarbonsäure von Seelig<sup>2)</sup> die racemische Form darstellt, während die  $\alpha$ -Dihydrofurfuran- $\alpha$ ,  $\alpha'$ -dicarbonsäure die inactive Modification dieser Säure ist. In der vorliegenden Mittheilung beschreiben wir die Zerlegung der  $\beta$ -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 Umkrystallisiren

<sup>1)</sup> Amer. chem. Journ. 25, 443 [1901].

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

der Verbindung aus Wasser zur Gewinnung von reinem Salz der *l*-Säure genügte. Die Hauptmenge der *d*-Säure verblieb hierbei in der Mutterlauge der ersten Krystallisation.

Die aus dieser Flüssigkeit isolirte Säure wurde in ihr Strychninsalz umgewandelt. Da sich das *d*-Salz etwas schwerer löslich zeigte als das *l*-Salz, so gelang es, Ersteres durch wiederholtes Umkrystallisiren zu reinigen. In jedem einzelnen Fall wurde das Umkrystallisiren solange fortgesetzt, bis das Drehungsvermögen der Säure constant geworden war. Dass die Säuren nunmehr rein waren, liess sich durch die Thatsache erhärten, dass das specifische Drehungsvermögen alsdann zwar von entgegengesetztem Vorzeichen, aber von gleicher Grösse war.

<i>d</i> -Säure				<i>l</i> -Säure			
c	$\alpha$	l	$[\alpha]_D$	c	$\alpha$	l	$[\alpha]_D$
10.15	+ 48.78°	1 dcm	+ 480.7°	10.04	— 48.04°	1 dcm	— 478.7°
5.08	+ 24.67°	1 »	+ 485.4°	5.01	— 24.22°	1 »	— 483.4°
2.525	+ 12.35°	1 »	+ 489.2°	2.517	— 12.29°	1 »	— 488.3°
0.629	+ 6.31°	2 »	+ 502°	0.627	— 6.35°	2 »	— 507°
0.157	+ 1.63°	2 »	+ 519°	0.158	— 1.67°	2 »	— 533°

In diesen Tabellen bedeutet c die Anzahl von Grammen Substanz in 100 ccm;  $\alpha$  den am Polariskop abgelesenen Drehungswinkel, l die Länge des Rohres,  $[\alpha]_D$  das specifische Drehungsvermögen.

Sowohl die *d*- als auch die *l*-Säure krystallisiren mit 1 Molekül Wasser.

0.3581 g *d*-Säure: 0.0384 g H<sub>2</sub>O. — 0.1383 g *l*-Säure: 0.0145 g H<sub>2</sub>O.  
C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub> + H<sub>2</sub>O. Ber. H<sub>2</sub>O 10.23. Gef. H<sub>2</sub>O *d*-Säure 10.73, *l*-Säure 10.48.

Wasserfrei schmelzen beide Säuren bei 144°.

Die Baryumsalze krystallisiren mit 1½ H<sub>2</sub>O.

0.3345 g *d*-Salz: 0.0293 g H<sub>2</sub>O. — 0.3998 g *l*-Salz: 0.0355 g H<sub>2</sub>O.  
C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>5</sub>Ba + 1½ H<sub>2</sub>O. Ber. H<sub>2</sub>O 8.43. Gef. H<sub>2</sub>O *d*-Salz 8.76, *l*-Salz 8.88.

0.3045 g wasserfreies *d*-Salz: 0.2407 g BaSO<sub>4</sub>. — 0.3634 g wasserfreies *l*-Salz: 0.2892 g BaSO<sub>4</sub>.

C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>5</sub>Ba. Ber. Ba 46.83. Gef. Ba *d*-Salz 46.51, *l*-Salz 46.82.

Die Bleisalze krystallisiren mit 2 H<sub>2</sub>O.

0.3339 g *d*-Salz: 0.0294 g H<sub>2</sub>O. — 0.4422 g *l*-Salz: 0.0405 g H<sub>2</sub>O.  
C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>5</sub>Pb + 2 H<sub>2</sub>O. Ber. H<sub>2</sub>O 9.02. Gef. H<sub>2</sub>O *d*-Salz 8.80, *l*-Salz 9.16.

0.2543 g wasserfreies *d*-Salz: 0.2128 g PbSO<sub>4</sub>. — 0.3431 g wasserfreies *l*-Salz: 0.2861 g PbSO<sub>4</sub>.

C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O<sub>5</sub>Pb. Ber. Pb 57.01. Gef. Pb *d* Salz 57.15, *l*-Salz 56.97.

Die Bleisalze der beiden activen Säuren sind bei weitem löslicher als das gleiche Salz der racemischen  $\beta$ -Säure, das sofort auskrystal-

lisirt, wenn man gesättigte Lösungen der Bleisalze von den beiden activen Säuren mit einander vermischt.

Eine eingehendere Beschreibung der hier nur kurz angedeuteten Ergebnisse soll gemeinschaftlich mit einem Bericht über ähnliche Versuche bei der  $\gamma$ -Säure an anderer Stelle erfolgen.

Harvard-Universität, Cambridge, U. S. A.

### 379. W. Marckwald: Berichtigung.

(Eingegangen am 17. Juni 1904.)

Gelegentlich der Beschreibung der Amylamine habe ich kürzlich<sup>1)</sup> den von mir eingeschlagenen Weg zur Gewinnung dieser Basen über die Amylphtalimide als die Graebe-Gabriel'sche Methode bezeichnet. Das kann so aufgefasst werden, als ob die beiden genannten Autoren an der Auffindung des gekennzeichneten Verfahrens gleichmässig theiligt wären. Bekanntlich ist dies nicht der Fall. Vielmehr hat Graebe<sup>2)</sup>, übrigens in Gemeinschaft mit A. Pictet, die Darstellung des Methyl- und Aethyl-Phtalimids aus Phtalimidkalium und den entsprechenden Halogenalkylen kennen gelehrt, während später Gabriel<sup>3)</sup> die Spaltung alkylirter Phtalimide zu den primären Aminen zum ersten Male ausgeführt und damit diese ebenso durch ihre Eleganz, wie durch die Vielseitigkeit ihrer Verwendbarkeit ausgezeichnete Methode zur Darstellung primärer Amine geschaffen hat.

### 380. H. Moissan und F. Siemens: Ueber die Löslichkeit des Siliciums im Silber und über eine krystallisirte, in Flusssäure lösliche Modification von Silicium.

(Eingegangen am 17. Juni 1904.)

Um die Löslichkeit des Siliciums im Silber zu untersuchen, haben wir eine ähnliche Versuchsanordnung getroffen, wie wir kürzlich beschrieben haben<sup>4)</sup>.

Das für die Versuche dienende Silber war mit besonderer Sorgfalt hergestellt und war frei von anderen Metallen.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 37, 1047 [1904].    <sup>2)</sup> Diese Berichte 17, 1173 [1884].

<sup>3)</sup> Diese Berichte 20, 2224 [1887].

<sup>4)</sup> Henri Moissan und F. Siemens, Ueber die Löslichkeit des Siliciums im Zink und Blei (diese Berichte 37, 2087 [1904]).