gefällten Verbindungen ähnlich. Sobald sich der Niederschlag abgesetzt hat, wird scharf decantirt und mit kaltem Wasser gewaschen. Sonst, sowie auch in saurer Lösung, mischen sich Verunreinigungen bei.

Das lufttrockne Salz verliert nur Spuren neben Vitriolöl.

0,4985 Grm. (neben Vitriolöl getr.) lieferten 0,2097 Grm. Cr_2O_3
 = 42,07 Proc. (Rechn. für wasserfreies Salz: 42,15, für Salz mit $1\text{H}_2\text{O}$:
 41,13 Proc.).

Auch bei dieser Arbeit ist es mir eine angenehme Pflicht, Hrn. Cand. O. Christensen für den werthvollen Beistand, welchen er mir bei den vielen Versuchen über eine ergiebige Darstellungsweise des Luteochromnitrats geleistet hat, meinen besten Dank abzustatten.

Kopenhagen, Laboratorium der polytechnischen
 Lehranstalt, Mai 1884.

Mittheilungen des agriculturchemischen Laboratoriums der Universität Königsberg.

16. Ueber Betaïn aus Pressrückständen der Baumwollsamensamen;

von

H. Ritthausen und Dr. Felix Weger.

Die Mutterlaugen der Melitose aus Baumwollsamensamen¹⁾ gaben, in 90proc. Spiritus gelöst, bei Zusatz von Platinchlorid beträchtliche krystallinische Niederschläge, welche zu weiterer Untersuchung gesammelt wurden. Bei Verarbeitung von ungefähr 9 Ko. der Pressrückstände wurden gegen 110 Grm. Platinniederschlag (mit 90proc. Spiritus gewaschen) erhalten.

¹⁾ Dics. Journ. [2] 29, 351.

Die Platinverbindung entwickelte beim Erhitzen salmiak-ähnliche Dämpfe von Trimethylamingeruch und hinterliess gegläht unter lebhaftem Verglimmen chlorkaliumhaltiges Platin.

Sie wurde, in heissem Wasser gelöst, mit Schwefelwasserstoff bis zur Ausfällung des Platins behandelt, die wasserhelle Lösung bis zur Trockne verdampft. Zur Abscheidung der im krystallinischen Abdampfückstände, welcher Chlorkalium und wenig Salmiak enthielt, vermutheten basischen Substanz wurden die Chlorverbindungen, in wenig Wasser gelöst, mit Barythydrat bis zur alkalischen Reaction versetzt, durch CO_2 dann überschüssiger Baryt und die filtrirte Lösung mit Alkohol gefällt.

Nach Abdestilliren des Weingeistes von der die freie Base enthaltenden alkoholischen Lösung¹⁾ mischten wir den Rückstand mit 96 proc. Spiritus, wobei sich noch kleine Mengen Barium- und Kaliumchlorid abschieden, destillirten abermals und lösten zuletzt in absolutem Alkohol, wobei noch eine geringe Menge Chlorkalium zurückblieb.

Da diese, immer noch wenig KCl enthaltende, kaum wahrnehmbar alkalisch reagirende Lösung, auch bei längerem Stehen in der Kälte, keinerlei Abscheidung einer Base gab, obwohl Proben davon verdunstet einen beträchtlichen weissen Rückstand hinterliessen, wurde anfänglich die Fällung durch fractionirten Zusatz von Salzsäure versucht. Die ersten Tropfen Säure bewirkten sofortige Ausfällung eines grobkrystallinischen Salzes, das aber noch 28 pCt. KCl enthielt; bei weiterem Zusatz erfolgten noch reichliche krystallinische Niederschläge von viel geringerem KCl-Gehalt, und die durch Säure sich nicht mehr trübende Lösung hinterliess nach dem Abdestilliren die fast reine Salzsäureverbindung der gesuchten Base.

Diese Salzsäureverbindung erwies sich als sehr löslich in Wasser; sie krystallisirte bei langsamer Ver-

¹⁾ Im Destillat fand sich eine sehr geringe Menge Ammoniak, und ist durch Darstellung und Analyse des Platinsalzes constatirt worden, dass es nur Ammoniak enthält.

dunstung in grossen, farblosen Krystallen von theilweise sehr guter Ausbildung der Flächen.

Sie schmilzt, auf dem Platinblech über der Flamme wenig erhitzt, anfänglich unter Bildung weisser Nebel von Trimethylamingeruch, entzündet sich dann und verbrennt rasch mit blassblauer Flamme, ohne einen Kohlerückstand zu hinterlassen, der Rückstand von Chlorkalium enthält nur eine Spur Kohle.

Die zweite Fällung mit Salzsäure und der hiernach aus der alkoholischen Lösung gewonnene Rückstand, zusammen durch Umkrystallisiren in Wasser in farblose, durchsichtige, klare Krystalle verwandelt, diente, lufttrocken, zur folgenden Analyse:

0,425 Grm. gaben bei 98° 0,0054 Grm. Verlust = 1,26 %.

0,425 Grm. gaben 0,4293 Grm. AgCl.

0,3316 Grm. trockn. Subst. gaben 24,5 Ccm. N bei 18° und 761 Mm. Bar.

0,3308 Grm. trockn. Subst. gaben, mit in Sauerstoffgas frisch ausgeglühtem chromsauren Blei verbrannt: 0,4341 Grm. CO₂ und 0,2245 Grm. H₂O.

0,2335 trockn. Subst. gaben 0,0176 Grm. Rückstand an KCl mit 0,0079 Grm. Cl (0,032 Grm. AgCl).

Dies ergibt die procentische Zusammensetzung:

C	35,80	KCl-frei berechnet:	38,75
H	7,53	„	8,15
N	8,57	„	9,27
Cl	21,88	„	23,68
O	18,60	„	20,15
7,53 KCl = {	Cl 3,39		
	K 4,14		

und für die ClH₂-freie Substanz:

C	50,55
H	9,76
N	12,09
O	27,60

Die Berechnung einer Formel führt zu der des salzsauren Betaïns und des Betaïns — C₅H₁₂NO₂Cl und C₆H₁₁NO₂:

Berechn. nach der Form. $C_5H_{11}NO_2 \cdot HCl$.	Gefunden.	Berechn. nach der Formel $C_5H_{11}NO_2$.	Gefunden.
C 39,09	38,75	51,25	50,55
H 7,81	8,15	9,33	9,76
N 9,14	9,27	12,00	12,09
O ₂ 20,84	20,15	26,42	27,60
Cl 23,12	23,68	—	—

Analysen reinerer, von KCl fast gänzlich befreiter Substanz lassen keinen Zweifel, dass sie Betaïn ist, womit alle ihre Eigenschaften völlig übereinstimmen.

Wir fanden bei weiterer Verarbeitung von Platinniederschlag für geeigneter, die freie, noch KCl-haltige Base durch mehrfaches Auflösen in absolutem Alkohol möglichst zu reinigen und dann, in wässriger Lösung in Chlorid verwandelt, langsam krystallisiren zu lassen: wir erhielten so sehr grosse, bis 20 Mm. lange, 15 Mm. breite und 5 Mm. dicke Krystalle, sehr gut ausgebildet und fast frei von KCl, das grösstentheils in der letzten Mutterlauge verblieb.

Eine Vergleichung unserer Krystalle mit den von Scheibler und Groth¹⁾ beschriebenen, aus Rübenmelasse dargestellten, zeigt nach den gemachten Angaben völlige Uebereinstimmung in der Krystallform; sie sind monoklin.

0,1361 Grm. dieser Salzsäureverbindung gaben 0,1267 Grm. AgCl = 23,02 % Cl.

Goldsalz.

0,5 Grm. derselben wurden in die Goldverbindung verwandelt. Die AuCl₃-Lösung in die Lösung des Salzes gegeben, erzeugte sofort einen dicken gelben Niederschlag, der, in der Wärme gelöst, bei schnellem Erkalten in breiten Blättern, bei langsamem Erkalten im Wasserbade in $\frac{1}{2}$ Mm. dicken, langen, durchsichtigen Prismen auskrystallisirte.

0,342 Grm. Goldsalz gaben 0,1475 Grm. Au und 0,4290 Grm. AgCl, entsprech. 43,13 % Au und 31,02 % Cl.

Platinsalz.

Aus 1,5 Grm. der Cl-Verbindung wurde durch Versetzen mit der entsprechenden Menge PtCl₄ das Pt-Salz dargestellt.

¹⁾ Ber. Berl. chem. Ges. 1870, S. 157.

Mehrfach umkrystallisirt und zwischen Fliesspapier getrocknet, gab es bei der Analyse:

0,5418 Grm. gaben 0,0600 Grm. H_2O , 0,1456 Grm. Pt und 0,6411 Grm. $\text{AgCl} = 11,08\%$ H_2O , und berechnet auf H_2O -freie Substanz 30,21 % Pt und 32,89 % Cl.

Die Vergleichung mit der Zusammensetzung derselben Betaïnverbindungen ergibt vollkommene Uebereinstimmung:

1) $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2, \text{ClH}$.		2) $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2, \text{ClH}, \text{AuCl}_3$.	
Berechnet.	Gefunden.	Berechnet.	Gefunden.
Cl	23,12	31,02	31,02
Au	—	43,14	43,13

3) $(\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2, \text{ClH})_2 \text{PtCl}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$.		
Berechnet.	Gefunden.	
Wasserfrei.		
Cl	30,57	30,21
Pt	32,89	32,89
H_2O	10,4	11,08

Die Angabe von Liebreich, dass Betaïn der Rüben oder Melasse aus der Pt-Verbindung durch Ausfällung des Pt mittelst SH_2 dargestellt, nicht zum Krystallisiren zu bringen ist, stimmt mit unseren Beobachtungen überein, da es auch uns nicht gelang, freies Betaïn krystallisirt darzustellen.

Besteht nach den vorstehenden Mittheilungen auch kein Zweifel, dass die von uns aus Baumwollsamenskuchen dargestellte Base Betaïn ist, so lässt sich doch die Frage aufwerfen, ob es als solches in den Samen vorhanden, oder eine durch zersetzende Einflüsse der Säuren während der verschiedenen Verdampfungen aus einem anderen Körper erzeugte Substanz sei. Wir sind indessen in der Untersuchung eines Platin-Niederschlags, der aus einer nicht mit basisch-essigsäurem Blei und wenig Ammoniak behandelten Weingeistextraction von Baumwollsamenskuchen dargestellt worden war, und der dem Anscheine nach regulär krystallisirt, noch nicht so weit vorgeschritten, dass wir dies sicher entscheiden könnten. Da Liebreich nachweist, dass die Rüben Betaïn nicht fertig gebildet enthalten, sondern dass es aus einer anderen, nicht näher bezeichneten Substanz bei der Darstel-

lung entsteht, so ist nicht unwahrscheinlich, dass dies auch bei Baumwollsamten der Fall sei.¹⁾

Nachschrift.

Im Begriff, die vorstehende Mittheilung an die Redaction dieses Journals abzusenden, erhalte ich von Herrn Prof. Böhm in Marburg den Extraabzug von einem am 13. Juni 1888 in der Gesellschaft zur Beförderung der gesammten Naturwissenschaften zu Marburg gehaltenen Vortrage, in welchem er in Kürze mittheilt, dass er unter Anderem auch aus Baumwollsamten-Pressrückständen Cholin-Platinchlorid — $(C_5H_{11}NO \cdot HCl)_2PtCl_4$ — dargestellt und analysirt habe, ebenso einen zur Rohrzuckergruppe gehörigen Zucker — Gossypose —, welcher $(\alpha)_j = 116,8^\circ$ (ich fand $117,4^\circ$) dreht.

Da ich den Vortrag und seinen Inhalt kennen zu lernen niemals Gelegenheit gehabt habe, auch Auszüge daraus in Jahresberichten u. a. m. mir nicht bekannt geworden sind, so war es unmöglich, auf die Arbeiten des Herrn Prof. Böhm Rücksicht zu nehmen.

Ob die Muttersubstanz des dargestellten Betaïns Cholin sei, wird die weitere Untersuchung lehren, doch halte ich dies nicht für wahrscheinlich. Ritthausen.

¹⁾ Die Analyse eines auf Betaïn verarbeiteten, vorher aus heissem Weingeist umkrystallisirten Platinsalzes führten zu Zahlen, aus welchen sich eine ziemlich complicirte Formel berechnet, die wenig wahrscheinlich ist. Die Analyse ergab:

Nach Abrechnung von			
4,60 % $PtCl_6K_2$.			
C	21,37	C	24,17
H	4,46	H	5,04
N	5,16	N	5,70
Pt	22,63	O	11,95
Cl	24,26	Pt	25,60
O	10,62	Cl	27,44
$PtCl_6K_2 = 11,60$		Cl	5,06
		Pt	4,66
		K	1,88

Daraus lässt sich die Formel $(C_{16}H_{35}N_3O_6 \cdot HCl)_2PtCl_4$ ableiten, welche zu keiner dem Betaïn verwandten Substanz passt.