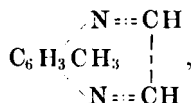


welche beim Behandeln mit Zink und Eisessig wieder in den Farbstoff übergeht.

Meine Versuche durch weitere Reduktion des Chlorids zu der interessanten Base,



welche mit dem von Richter'schen Cinnolin, $\text{C}_6\text{H}_4 \left\langle \begin{array}{c} \text{CH} \equiv \text{CH} \\ \text{N} \equiv \text{N} \end{array} \right\rangle$ ¹⁾, isomer ist, zu gelangen, führten bis jetzt nicht zu dem gewünschten Resultate. Bei der Einwirkung von Natrium auf die alkoholische Lösung des Chlorids entsteht eine feste Verbindung von neutralem Charakter. Eisessig und Jodwasserstoffsäure bewirken bei 200° nur die Bildung braungefärbter Harze.

Ich werde meine Bemühungen in dieser Richtung fortsetzen und gedenke auch die Oxalsäurederivate des *m*- und *p*-Diamidobenzols einer Untersuchung zu unterziehen.

Freiburg i. B., Universitätslaboratorium.

291. Jean Krutwig und Alb. Cochetoux: Eisenbestimmung mittelst Permanganatlösung in salzsaurer Lösung.

(Eingegangen am 17. Juni; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Der nachtheilige Einfluss der Salzsäure bei der Titration eisenoxydulhaltiger Lösungen mittelst des Margueritte'schen Verfahrens wurde erst im Jahre 1861 von Löwenthal und Lenssen hervorgehoben. Die Wichtigkeit der Methode veranlasste Fresenius und Andere, Mittel nachzusuchen, die störende Wirkung der Salzsäure zu beseitigen.

Vor kurzer Zeit noch erschien in diesen Berichten²⁾ eine Abhandlung von Clemens Zimmermann über denselben Gegenstand. Derselbe empfiehlt der Salzsäurelösung Mangansulfat hinzuzufügen. Letztere Vorschrift haben wir bei vielen Eisenerzbestimmungen angewandt und auch, wie angegeben, genaue Resultate erzielt, so dass wir den Gebrauch von Mangansulfat nur empfehlen können. Es schien uns aber auffallend, dass frühere von uns angestellte Eisenbestimmungen ebenfalls analytisch richtige Zahlen gaben und wir glauben den Grund

¹⁾ Diese Berichte XVI, 677.

²⁾ Diese Berichte XIV, 779.

Eisenlösung	Angewendet		Salzsäure	Gebraucht
	Wasser	Schwefel- säure		Permanganatlösung
ccm	ccm	ccm	ccm	ccm
10	400	20	—	16
10	400	—	5	16.3
10	400	—	10	17.5
10	400	5	5	16.2
10	400	20	10	16.3
10	400	40	5	16.2
10	400	40	10	16.3
Neue Lösung				
10	500	20	—	16.6
10	500	—	5	16.95
10	500	—	10	18.2
10	500	5	5	16.8
10	500	40	5	16.8
Permanganatlös. (neue)				
10	500	10	—	4.15
10	500	—	5	4.35
10	500	—	10	4.5
10	500	30	10	4.3
10	500	40	10	4.3
Andere Lös. ($K_2Mo_2O_6$)				
10	100	5	—	4.1
10	100	5	5	4.3
10	200	10	—	4.1
10	200	10	10	4.4
10	200	—	10	4.45
—	—	—	—	—
Permanganatlös. (neue)				
50	200	20	—	77.3
50	200	—	20	78.7
50	200	10	10	77.5
Neue Lösung				
50	200	20	—	74.7
50	200	—	20	75.8
50	200	10	10	74.9
50	200	20	20	75
50	200	40	10	74.7
Neue Lösung				
50	200	20	—	20.40
50	200	—	20	20.85
50	200	10	10	20.50
50	200	40	10	20.45
50	200	20	20	20.55
50	200	40	20	20.55

darin gefunden zu haben, dass wir das Eisenerz in so wenig Salzsäure wie möglich (10 ccm für 0.1 g Eisenerz) für die Eisenbestimmung auflösten, 400 ccm Wasser und circa 30 ccm Schwefelsäure hinzufügten.

Folgende von uns angestellte Versuche rechtfertigen, glauben wir, diese Vermuthung.

Es wurden angewandt:

Eine reine Ferrosulfatlösung, 0.00413 Eisen pro Cubikcentimeter, Kaliumpermanganatlösungen von verschiedener Concentration; das specifische Gewicht der Salzsäure war 1.12, das der Schwefelsäure 1.30. (Siehe die Tabelle auf Seite 1535.)

Diese quantitativen Belege zeigen also, dass der Zusatz von Schwefelsäure die Differenzen in den Resultaten genügend herunterdrückt, so dass dem Gebrauch des Margueritte'schen Verfahrens bei Gegenwart von Salzsäure kein Hinderniss im Wege steht, wenn folgende Bedingungen beobachtet werden:

- I. Womöglich das Eisenerz in wenig Salzsäure auflösen;
 - II. In der Salzsäurelösung mittelst Zink zu reduciren;
 - III. der Salzsäure die doppelte Menge Schwefelsäure hinzuzufügen;
 - IV. die Lösung auf circa 300 ccm verdünnen;
 - V. zur Titration eine verdünnte Permanganatlösung gebrauchen.
- Lüttich, Laboratorium der Bergschule.

292. G. L. Ciamician und M. Dennstedt: Einwirkung nascirenden Wasserstoffs auf Pyrrol.

(Eingegangen am 19. Juni; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Vor einiger Zeit haben wir in einer vorläufigen Mittheilung auf die Möglichkeit hingewiesen, das Pyrrol in eine 2 Atome Wasserstoff mehr enthaltende Base zu verwandeln. Wir geben in Folgendem die nähere Beschreibung dieser neuen Verbindung.

Das aus dem Thieröl gewonnene Pyrrol siedet unter einem Druck von 761 mm bei 130—131^o ¹⁾ (Quecksilberfaden im Dampf).

Wir liessen auf das Pyrrol Wasserstoff einwirken, der sich aus Essigsäure und Zinkstaub entwickelte. Die Ausbeute an Base ist wenig zufriedenstellend; es bildet sich stets eine grosse Menge von Ammoniak und ein Theil des Pyrrols wird in harzartige Materien verwandelt. Auch die Verhältnisse der drei aufeinander wirkenden

¹⁾ In den Lehrbüchern findet man den Siedepunkt des Pyrrols zu 133^o angegeben. Weidel und der Eine von uns fand 126.2^o (uncorrigirt) bei einem Druck von 746,5 mm. Diese Berichte XIII, 79.