

Die Ester der Dinitronaphtalinsulfosäure bilden sich nur bei längerem Erhitzen des Silbersalzes mit dem Jodalkyl und sind leicht verseifbar. Die Eigenschaften der Säure, sowie die ihrer Derivate stimmen vollständig mit denen einer Dinitronaphtalinmonosulfosäure unbekannter Constitution überein, die Cleve und Hellström durch Nitriren der 6-Sulfosäure des 1-Nitronaphtalins resp. aus deren Chlorid erhalten haben<sup>1)</sup>. Da auch die Analysen meines aus 1.8-Dinitronaphtalin gewonnenen Products die Zusammensetzung einer Monosulfosäure ergaben, so ist für dessen Constitution, ebenso wie für die der Hellström-Cleve'schen Säure die Formel einer 1.8-Dinitronaphtalin-3-Sulfosäure erwiesen.

Unterwirft man ein Gemisch von 1.5-Dinitronaphtalin mit wenig 1.8-Verbindung unter obigen Bedingungen der Sulfurirung, so wird Letztere vollständig in die lösliche Sulfosäure übergeführt; daher lässt sich dieses Verfahren zur Reindarstellung von 1.5-Dinitronaphtalin verwenden.

Genf, Universitätslaboratorium.

#### 562. A. Skrabal: Ueber Darstellung von reinem Eisen.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 1. October 1902.)

Treadwell schlägt in seinem Lehrbuche der analytischen Chemie zur Stellung der Permanganat-Lösung das aus Ammoniumferrooxalat elektrolytisch gefällte Eisen vor. Nun haben bereits Avery und Benton Dales<sup>2)</sup> gezeigt, dass das auf diese Art gefällte Eisen kohlenstoffhaltig ist. Analysen, die ich anstellte, ergaben sowohl einen Kohlenstoff- als auch Wasserstoff-Gehalt. In meinen Bestrebungen, eine Methode zu finden, welche ein Eisen liefert, dessen Reinheit unzweifelhaft ist, gelangte ich zu folgendem Verfahren: Zunächst fällte ich Eisen aus Ammoniumferrooxalat-Lösung elektrolytisch auf einem Platinblechstreifen. Diese so präparirte Elektrode senkte ich anodisch in einen Elektrolyten, welcher aus einer mit Schwefelsäure schwach angesäuerten oder neutralen Lösung von Ferrosulfat oder Mohr'schen Doppelsalz bestand, und verwendete als Kathode einen zweiten, gewogenen Platinblechstreifen. Nun wurde unter Anwendung einer sehr geringen Elektrodenspannung (ca. 0.4 Volt) elektrolytirt. Ueber Nacht konnte ich so ca. 0.5 g eines Eisens erhalten, welches sich in seinen Eigenschaften von dem aus Ammoniumferrooxalat-Lösung gefällten wesentlich

<sup>1)</sup> Oefversigt a. K. A. F. 1888. <sup>2)</sup> Diese Berichte 32, 64, 2233 [1899].

unterschied. Es zeigte krystallinische Structur, reinweisse Farbe und löste sich in warmer, verdünnter Schwefelsäure vollständig, aber langsam, während der entwickelte Wasserstoff vollkommen geruchlos war. Selbstverständlich kann man das so hergestellte Eisen nach demselben Verfahren einer nochmaligen Reinigung unterziehen. Während der Elektrolyse bildete sich durch Oxydation des Ferrosalzes in der Flüssigkeit ein Niederschlag. Um auch diesem Uebelstande, welcher, was kaum anzunehmen ist, das Eisen in seiner Reinheit beeinträchtigen könnte, abzuhelfen, sind Versuche, den Kathoden- von dem Anoden-Raum durch ein Diaphragma zu trennen und die Elektrolyse im Kohlensäurestrom vorzunehmen, im Gange.

Es dürfte sich empfehlen, von dem derart gereinigten Producte ausgehend, das Atomgewicht des Eisens einer Revision zu unterziehen.

Ich habe das so dargestellte Eisen zur Titerstellung von Permanganatlösung verwendet und beabsichtige meine Versuche, welche sich auf die Titration des Eisens mittels Permanganat überhaupt beziehen, im Laufe der nächsten Zeit zu veröffentlichen.

Laboratorium für analyt. Chemie d. K. K. Techn. Hochschule in Wien, im August 1902.

### 563. F. M. Jaeger: Ueber die in Leclanché-Zellen entstehenden Krystalle.

(Eingegangen am 1. October 1902.)

Bei der Erneuerung des Inhalts einiger Leclanché-Elemente, welche zum Zweck einer Klingelanlage dienten, wurde an der positiven Elektrode, welche aus einer Kohlenplatte bestand, eine grosse Menge eines schön krystallisirten Salzes aufgefunden. Die Krystalle konnten nicht Chlorammonium sein, da sie sich mit dem blossen Auge schon als nicht-regulär erkennen liessen; vielmehr hatten sie das Aussehen monokliner Zwillinge.

Die farblosen, 1 mm bis 0,5 mm im Volum messenden Krystalle bildeten eine Stufe auf der Kohlenplatte und auf den kleineren Stücken Kohle, welche in einer dicken Schicht auf dem Boden des Gefässes ausgebreitet lagen. Die Art der Aufwachsung war eine durchaus regellose; an der Stelle, wo sie auf der Kohle hafteten, hatten sie ein weiss-pulvrig verwittertes Aussehen; in der unteren Kruste, welche sich wohl am letzten abgesetzt hatte, fand sich der Körper neben kubusförmigen Salmiakkryställchen.

Die Messung dieser Gebilde ergab, dass sie zum rhombischen System gehörten und zwar zur bipyramidalen Klasse desselben. Die Krystalle sind prismatisch nach der Verticalaxe; die Reflexe sind etwas matt und gestreckt; an einigen Individuen aber spiegelte das