

und getrocknet worden ist, wird der Niederschlag geröstet und schließlich bei bedecktem Tiegel scharf geglüht, um Spuren von Kupfersulfat in Kupferoxyd zu verwandeln. Durch Multiplikation des Gewichtes des Kupferoxyds mit 0,4028 erhält man das Gewicht des Gesamt-schwefels.

Nach dieser Methode habe ich eine Reihe von untereinander sehr genau übereinstimmende Resultaten erhalten. Ich teile hier einige derselben mit (s. nebenstehende Tabelle).

Wie ersichtlich, ist die Methode sehr genau. Eine Analyse ist in ca. drei Stunden ausgeführt, und die Porzellantiegel, die zweck-

| Carbidmuster<br>Nr. | Analyse<br>Nr. | Schwefelgehalt<br>in % |
|---------------------|----------------|------------------------|
| 1                   | 1              | 0,603                  |
|                     | 2              | 0,605                  |
|                     | 3              | 0,610                  |
|                     | 4              | 0,600                  |
| 2                   | 1              | 0,585                  |
|                     | 2              | 0,588                  |

mäßig 4 cm Durchmesser haben, können wiederholt benutzt werden.

Chemisches Laboratorium der Alby Carbidfabrik (Schweden) im Februar 1904.

## Sitzungsberichte.

### Verein deutscher Portlandzement-Fabrikanten.

In der am 24. und 25./2. stattgehabten Hauptversammlung führte Direktor Schott den Vorsitz. Dr. Framm teilte folgende bei der Prüfung verschiedener Zemente gefundene Grenzwerte mit:

|                      | Minimum | Maximum | Mittelwerte<br>1903 | 1902  |
|----------------------|---------|---------|---------------------|-------|
| Glühverlust          | 0,95    | 6,78    | 2,52                | 2,51  |
| Spezifisches Gewicht | 3,049   | 3,213   | 3,112               | 3,142 |
| Magnesia             | 0,56    | 3,55    | 1,65                | 1,58  |
| Zugfestigkeit        | 16,4    | 30,7    | 21,8                | 22,4  |
| Druckfestigkeit      | 162     | 437     | 245                 | 243   |

Die Mittelwerte der Analysen der untersuchten Zemente waren:

|               | Minimum | Maximum | Mittel |
|---------------|---------|---------|--------|
| Kieselsäure   | 20,05   | 28,82   | 22,2   |
| Tonerde       | 4,43    | 9,64    | 7,39   |
| Eisenoxyd     | 0,69    | 5,99    | 3,0    |
| Kalk          | 57,26   | 67,64   | 63,14  |
| Magnesia      | 0,83    | 3,55    | 1,65   |
| Schwefelsäure | 0,70    | 3,01    | 1,66   |

Kalkhohe Zemente zeigen auch die höchste Festigkeit.

Namens der Kommission für Revision der Normen schlug Dr. Prüssing folgende Änderung der Begriffserklärung für Portlandzement vor: „Portlandzement ist ein hydraulisches Bindemittel von nicht unter 3,1 spez. Gew., bezogen auf den geeglühten Zustand, und mit nicht weniger als 1,7 Gewt. Kalk auf 1 Gewt. Kieselsäure, Tonerde, Eisenoxyd, hervorgegangen aus einer innigen Mischung der Rohstoffe durch Brennen bis mindesten zur Sinterung und darauf folgende Zerkleinerung bis zur Mehlfeinheit.“ Der Verein beschloß, diese Definition anzunehmen und sie den beteiligten Ministerien zu unterbreiten.

Zur Lösung der Schlackenmischfrage arbeitet eine besondere Kommission unter Beteiligung des Ministeriums der öffentlichen Arbeiten. Der Verein läßt daneben für eigene Rechnung Versuche vornehmen, bei denen vier Portlandzemente mit vier Eisenportlandzementen verglichen werden. Wie sich schon jetzt ergeben hat, hat der Eisenportlandzement höhere Normenfestigkeit, nach langer Luft-

erhärting aber niedrigere Festigkeiten als Portlandzement.

Gegen die Erteilung des Patentes von Dr. Passow zur Verbesserung der Schlacke durch Calciumoxyd oder Calciumhydroxyd ist Einspruch erhoben und die Erteilung des Patentes vorläufig abgelehnt worden.

Direktor Grauer berichtete über den von Dr. Schmidt und Unger in Lauffen durch Schmelzen im elektrischen Ofen erhaltenen „kristallisierten“ Portlandzement. Ingenieur Weidner wies jedoch darauf hin, daß es einen kristallisierten Portlandzement nicht geben kann, da Portlandzement ein Mineralgemisch ist, und ein Gemisch niemals kristallisieren kann, sondern nur immer Kristalle seiner einzelnen Bestandteile liefern kann.

Direktor Schott berichtete über Glühversuche mit Portlandzement im elektrischen Glühofen von Herzeus. Der Glühverlust wurde gefunden:

|          |         |
|----------|---------|
| bei 150° | zu 0,6% |
| „ 300 „  | 1,0 „   |
| „ 400 „  | 0,6 „   |
| „ 600 „  | 2,9 „   |
| „ 900 „  | 3,2 „   |
| „ 1525 „ | 5,9 „   |

Hiernach ist ziemlich sicher, daß im Portlandzement freier Ätzkalk vorhanden ist. Die Kohlensäureabgabe erfolgt schon bei 600°.

Ingenieur Weidner sprach über ein eigenartiges Verhalten eines in Zementmörtel ausgeführten Entwässerungskanales. Die verwendeten Mauerziegel enthielten 0,9% Gips, der sich an feuchten Stellen im Mörtel anhäufte und bis zu 20% betrug. Der Zement trieb dadurch auf und wurde zerstört. F.

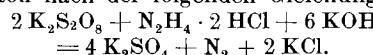
### Chemische Gesellschaft zu Rom.

Sitzung vom 11.2.

Vorsitzender Prof. Cannizzaro, F. Garelli und P. Jalcioia berichten über kryoskopische Untersuchungen an Lösungen von Gasen in Flüssigkeiten. Es wurde nachgewiesen, daß  $H_2S$  in wässriger Lösung sehr wenig dissoziiert ist, ebenso  $CO_2$ . — E. Rimini beweist, daß Myristicin eine Allylseitenkette besitzt. Daraus erklärt sich sein Verhalten gegen sal-

petrige Säure, mit der es Nitrosite bildet. — E. Paunain berichtet über die quantitative Bestimmung von Persulfaten. Freies Hydrazin reagiert energisch mit Persulfaten unter Bildung von Stickstoff. Wird eine bekannte Menge Hydrazinsalz bei Gegenwart von Per-

sulfat mit Kaliumlauge versetzt, so bildet sich Stickstoff nach der folgenden Gleichung:



Aus dem Volumen des Stickstoffs läßt sich die Menge des Persulfats berechnen. *Bolis.*

## Referate.

### I. I. Analytische Chemie.

J. S. S. Brame und Wallace A. Cowan. Ein Vergleich verschiedener Kalorimetertypen. (J. Soc. Chem. Ind. 22, 1230—1233. 30/11. 1903. [2/11. 1903.] London.)

Die Verff. haben mit verschiedenen Typen des Kalorimeters vergleichende Heizwertbestimmungen ausgeführt, und zwar wurden folgende Methoden geprüft.

1. Verbrennung mit einem festen Oxydationsmittel, (als Beispiel: Kalorimeter von L. Thompson).

2. Verbrennung mit Sauerstoffgas bei konstantem Druck

a) ohne Temperaturbestimmung der entweichenden Gase (Kalorimeter von W. Thomson.)

b) mit Temperaturbestimmung der entweichenden Gase (Kalorimeter von F. Fischer).

3. Verbrennung mit Sauerstoffgas bei konstantem Volumen (Mahlersche Bombe).

Auf Grund ihrer Versuche kommen die Verff. dann zu folgender Schlußfolgerung: Die sichersten Resultate werden bei exakter Arbeit mit der Mahlerschen Bombe erhalten. Die Fehler bei den Verfahren nach Thompson und Thomson sind ziemlich groß, während die Fischersche Methode Resultate gibt, die zwar unter sich gut übereinstimmen, welche aber doch erheblich von den mit der Bombe erhaltenen abweichen. — *br*—

F. Seiler und A. Verda. Die Phosphormolybdänsäure, ein Reagens zur Charakterisierung der Aminogruppe. (Chem.-Ztg. 27, 1121—1124. 14/11. 1903. Lausanne.)

Welmanns machte auf die Färbungen aufmerksam, welche Phosphormolybdänsäure mit Pflanzenfetten gibt. Die Verff. haben die letztere Reaktion eingehend studiert, und ihre Versuche führen sie zu der Annahme, daß die Färbung der Phosphormolybdänsäure mit den Pflanzenölen auf einer Reduktion der ersteren durch die Aminogruppe beruht.

Zunächst stellen die Verff. fest, daß die Blaufärbung einer Phosphormolybdänlösung, welche beim Behandeln einer solchen Lösung mit Reduktionsmitteln nach Zusatz von Ammoniak eintritt, auf eine Reduktion und Spaltung der Phosphormolybdänsäure unter Bildung eines Molybdoxyds zurückzuführen ist.

Auch reduzierende organische Substanzen bewirken die Blaufärbung der Phosphormolybdänsäure, und zwar geben besonders charakteristisch die Amine diese Reaktion und vor allem die Derivate, welche von Sauerstoff frei

sind und eine reduktionsfähige Aminogruppe enthalten. Cyklisch gebundener Stickstoff, ebenso wie die Amidoderivate, selbst Harnstoff und Asparagin geben die Reaktion nicht. Aldehyde geben die Reaktion erst nach Zusatz von Ammoniak.

Die Verff. beschreiben dann die Reaktionen einer großen Zahl organischer Verbindungen, aus denen hervorgeht, daß alle Aminoderivate, welche die Gruppen  $\text{NH}_2\text{R}'$ ,  $\text{NHR}''$  und  $\text{NR}'''$  enthalten, eine mehr oder weniger intensive Reaktion mit Phosphormolybdänsäure geben, und zwar die primären und sekundären und in der aliphatischen Reihe auch die tertiären schon ohne Zusatz von Ammoniak. Ammoniak allein bewirkt keine Reduktion, mithin auch keine Blaufärbung der Phosphormolybdänsäure. — *br*—

A. Bolis. Über die Löslichkeit von Magnesiumammoniumphosphat in Ammoniumcitrat. (Chem.-Ztg. 27, 1151. 25/11. 1903. Mailand.)

Die Löslichkeit des Magnesiumammoniumphosphats in Ammoniumcitratlösung ist von Einfluß auf das Resultat der Phosphatbestimmungen.

Verf. hat deshalb die Löslichkeit des Magnesiumammoniumphosphats in Citratlösungen direkt bestimmt. 2 g reines Magnesiumammoniumphosphat wurde mit 100 ccm Citratlösung (400 g Zitronensäure in 1 l mit Ammoniak neutralisiert) 24 Stunden in Berührung gelassen. Die Gewichtsabnahme betrug im Mittel 0,457%. Warme Ammoniumcitratlösung löst noch mehr, etwa 0,575—0,60%. — *br*—

C. Reichard. Über die Einwirkung des Kaliumrhodanats auf Ammoniumheptamolybdat. I. (Chem.-Ztg. 27, 1134—1135. 18/11. 1903.)

Bekannt ist die Reaktion der Molybdänsäure mit Rhodankalium und Zink in saurer Lösung — intensive Rotfärbung. Verf. beobachtete nun, daß ganz verdünnte Lösungen von molybdänsaurem Ammonium, mit starker Rhodankaliumlösung versetzt, nach 24 stündigem Stehen einen blendend weißen Niederschlag ausscheiden. Derselbe ist flockig bis käseartig und selbst in siedendem Wasser nur wenig löslich. Konz. Molybdänlösungen liefern den Niederschlag so gleich, doch scheint in diesem Falle der Niederschlag nicht so dicht zu sein.

Wolframsäure, die im allgemeinen der Molybdänsäure ähnlich ist, gibt mit Rhodankalium keine Fällung.

Der Verf. stellt weitere Versuche zur Trennung des Molybdäns vom Wolfram mittels dieser Reaktion in Aussicht. — *br*—