

Abspaltung von CO, dann anscheinend unter Bildung von Kohlen-säureester. In der Anlagerung von organischen Magnesium-halogenverbindungen an Azodibenzoyl und Azodicarbonsäure-ester wurde so ein Weg gefunden, bequem und wohl alle Arylreste in Hydrazin einzuführen. Die Einwirkung von organischen Magnesiumhalogenverbindungen auf die Azodi-carbonester zeitigt je nach den Arbeitsbedingungen verschiedene Ergebnisse. Die Reaktion von Triphenylmethyl mit den er-wähnten Azoverbindungen wird zurzeit untersucht.

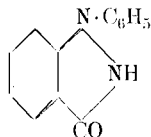
### 3. „Über Aminoabkömmlinge von Azolen“.

Phenyl-1-amino-5-tetrazol (Schmp. 159°), Phenyl-2-amino-5-tetrazol (Schmp. 142°), Methyl-1-amino-5-tetrazol liefern bei der Behandlung mit salpetriger Säure Nitrosoabkömmlinge. Aus Amino-5-tetrazol bzw. der gleichfalls zuerst von Thiele dar-gestellten Tetrazoldiazoniumlösung wurden neben dem schon bekannten Brom-5-tetrazol, rein Schmp. 154°, auch Chlor-5-tetrazol von Schmp. 75° und Jod-5-tetrazol, das sich bei 184° zersetzt, gewonnen. Methyl-1-nitrosamino-5-tetrazol schmilzt bei 177°.

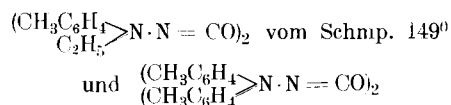
Von den bislang untersuchten Triazolen hat sich auch das Diamino-3,5-triazol-1,2,4 als diazotierbar und kuppelungsfähig erwiesen, von Thiodiazolen das Diamino-2,5-thio-bb,diazol, Amino-2-thio-bb,diazol, Amino-2-methyl-5-thio-bb,diazol, Amino-2-furo-bb,diazol (Schmp. 158°) und Amino-2-phenyl-5-furo-bb,diazol (Schmp. 246°) liefern nur Nitrosoverbindungen. Nitros-amino-2-phenyl-5-furo-bb,diazol schmilzt bei 101° unter Zer-setzung, Benzylidenamino-2-phenyl-5-furo-bb,diazol bei 245°, Azido-2-phenyl-5-furo-bb,diazol bei 92°. Die angeführten Amino-furo-bb,diazole wurden durch Einwirkung von PbO auf Formyl- und Benzoylthiosemicarbazid gewonnen.

### 4. „Über Carbonylhydrazine“.

Während zunächst Indazolone bei der Verkochung von Diarylaminocarbonsäureaziden, so Phenylindazolone



aus Diphenylcarbaminsäureazid, erhalten wurden, gelang es, bei der Verkochung von Äthyl-o-tolylcarbaminsäureazid und Di-p-tolylcarbaminsäureazid die entsprechenden Carbonylhydra-zine, allerdings zunächst nur in der dimolekularen Form



vom Schmp. 201° zu erhalten, was dann auch ihre große Be-ständigkeit erklärt. Dieselben gehen beim Erhitzen auf höhere Temperatur, auch beim Kochen mit Alkali, in die entsprechen-den Indazolone über, während beim Erhitzen mit Anilin An-lagerung an Carbonyl-äthyl-o-tolyl-hydrazin zu Phenyl-1-äthyl-o-tolyl-4-semicarbazid vom Schmp. 129° statthabte. Ob nach dem von S. F. Acrcce (B 36,3154 [1903]) eingeschlagenen, aber nicht näher verfolgten Verfahren sich Carbonylhydrazine in monomolekularer Form gewinnen lassen, soll weiterhin geprüft werden; jedenfalls entsteht beim Erhitzen von Diphenylhydrazin-carbonsäurechlorid zum Teil auch Phenylindazolone. Versuche, durch Verkochen von  $\alpha$ -Phenyl- $\beta$ -benzylidenhydrazin- $\alpha$ -carbon-säureazid (Schmp. 133°) und  $\alpha$ -Phenyl- $\beta$ -chlorbenzylidenhydrazin- $\alpha$ -carbonsäureazid (Schmp. 169°) Benzylidenamino-1-indazolone und Chlorbenzyliden-amino-1-indazolone zu gewinnen, führten zwar zu alkalilöslichen Verbindungen der berechneten Zusammensetzung (Schmp. 228° und 193°), die aber auch bei Einwirkung der stärksten Spaltungsmittel Aldehyd nicht ab-gaben. Es muß daher auch mit der Bildung von Phenyl-2-oxy-4-phenyl-5-osotriazol und Phenyl-2-oxy-4-chlorphenyl-5-osotriazol gerechnet werden, deren Darstellung auf anderem Wege an-gestrebt wird.

Sitzung vom 17. Februar 1927. E. Müller, Heidelberg:

### 1. „Über Thioacetaldehyd“.

2. „Über die Löslichkeit von Calciumphosphat in wäßriger Kohlensäure“.

Sitzung vom 24. Februar 1927.

1. W. Hieber, Heidelberg: „Cyclische Molekülverbin-dungen und Konfigurationsbestimmungen stereoisomerer Phenyl-hydrazone“.

2. K. Ziegler, Heidelberg: „Über Basizitätsbestimmung von Carbinolen“.

## Sitzung des wissenschaftlichen Fachausschusses des Bundes deutscher Fabriken feuerfester Erzeugnisse

am 20. Januar 1927 in Köln.

Dr. Hartmann (Vereinigte Stahlwerke A.-G., Hörder Verein): „Über die Auswertung des Druckerweichungsversuchs“.

Sind durch dieses Prüfverfahren für Silica- und Magnesit-Steine schon bestimmte Kennzeichen gegeben, so treten einer Auswertung der Erweichungskurven für Schamottesteine noch viele Schwierigkeiten entgegen. Von dem Vortragenden wurden Steinproben gleicher Art sowohl im Anlieferungszustand als auch nach dem Nachbrennen (bei verschiedenen Temperaturen und verschiedener Zeitdauer) auf Druckerweichung geprüft. An Hand von Tabellen und Kurven wird der Beweis für den Mangel einer eindeutigen Formulierung des Prüfverfahrens ge-liefert. In Verbindung mit den verschieden vorbehandelten Steinen wurden auch andere Versuchsreihen mit verschiedener Druckbelastung des Prüfkörpers und stufenweiser Druck-verminderung während des Versuches durchgeführt.

Korreferent Dr. Mieh r: Folgende Gesichtspunkte waren für die Durchführung der Versuche leitend: 1. Temperatur-messung, 2. Bau von Kohlegrieswiderstandsöfen für den Druck-erweichungsversuch, 3. Temperaturanstieg, 4. Aufhebung des Belastungsdruckes, 5. Erhitzung der Prüfkörper auf eine be-stimmte Temperatur und Konstanthalten derselben unter Be-lastung von 2 kg/cm. Es werden Wege gezeigt zur Erzielung einer gleichmäßigen Temperaturverteilung des Heizrohres.

Aus den Ausführungen der Redner und der regen Aus-sprache ist zusammenfassend folgendes festzustellen: Alle Ver-suche lassen einstweilen bei Schamottesteinen keine Gesetz-mäßigkeiten erkennen und gestatten z. B. nicht, über die Höhe der Brenntemperatur ein sicheres Urteil abzugeben. Man kann vorerst nur sagen, daß die höher gebrannten Steine ein kürzeres Erweichungsintervall aufweisen. Als wesentliche Konstante des Druckerweichungsversuches ist wohl der Punkt der haltlosen Erweichungs-Temperatur des schnellen Ab-sinkens anzusehen. Wieweit überhaupt dem Prüfverfahren für die Praxis Bedeutung beizumessen ist, ist wegen der ver-schiedenen technischen Beanspruchung der Steine noch nicht zu erkennen. Die praktische Durchführung dieser Prüf-methode bedarf noch einer eingehenden Erklärung. —

Fräulein Lux: „Über Betriebsmethoden zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes“.

Die bis jetzt bestehenden amerikanischen Verfahren, die auf dem Boyle-Mariotteschen Gesetz beruhen, wurden ein-gehend nachgeprüft und deren Unbrauchbarkeit für Betriebs-zwecke festgestellt. Der von der Referentin vorgetragenen Schnellmethode wird von der Versammlung großes Interesse entgegengebracht, da sie in besonders kurzer Zeit eine Be-stimmung des spezifischen Gewichtes erlaubt und trotzdem eine für Betriebskontrollen hinreichende Genauigkeit aufweist.

Dr. Golla: „Über die Wärmeleitfähigkeit feuerfester Baustoffe“.

In keinem anderen Prüfverfahren treten so große Schwier-igkeiten auf wie in der Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit feuerfester Baustoffe. Die apparativen Fehler wie auch die Inhomogenität grobkeramischer Stoffe machen sich in den widersprechendsten Angaben der einzelnen Forscher über Wärmeleitahlen bemerkbar. Die meisten Methoden enthalten noch unbekannte Fehlerquellen, die durch die Versuchsergeb-nisse sehr in Frage gestellt werden. Als z. Zt. beste Versuchs-anordnung wird der Zweiplattenapparat mit elektrischer Heizung und Heizringsystem angesehen.

In der Aussprache war man sich darüber klar, daß auch in der feuerfesten Industrie keine Mühe, Zeit und Kosten ge-scheut werden dürfen, um die noch völlig unzulänglichen und widerspruchsvollen Angaben über Wärmeleitfähigkeit feuer-fester Baustoffe richtigzustellen.