

Abspaltung von CO, dann anscheinend unter Bildung von Kohlensäureester. In der Anlagerung von organischen Magnesiumhalogenverbindungen an Azodibenzoyl und Azodicarbonsäureester wurde so ein Weg gefunden, bequem und wohl alle Aryreste in Hydrazin einzuführen. Die Einwirkung von organischen Magnesiumhalogenverbindungen auf die Azodicarbonester zeitigt je nach den Arbeitsbedingungen verschiedene Ergebnisse. Die Reaktion von Triphenylmethyl mit den erwähnten Azoverbindungen wird zurzeit untersucht.

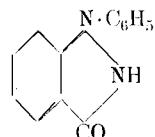
3. „Über Aminoabkömmlinge von Azolen“.

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 dargestellten 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°.

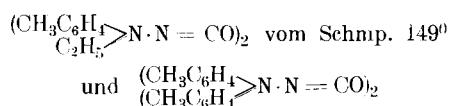
Von den bislang untersuchten Triazolen hat sich auch das Diamino-3,5-triazol-1,2,4 als diazotierbar und kupplungsfähig erwiesen, von Thiodiazolen das Diamino-2,5-thio-bb,diazol, Amino-2-thio-bb,diazol, Amino-2-methyl-5-thio-bb,diazol. Amino-2-furo-bb,diazol (Schmp. 158°) und Amino-2-phenyl-5-furo-bb,diazol (Schmp. 246°) liefern nur Nitrosoverbindungen. Nitrosamino-2-phenyl-5-furo-bb,diazol schmilzt bei 101° unter Zersetzung, 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 Benzoylthiocarbazid gewonnen.

4. „Über Carbonylhydrazine“.

Während zunächst Indazolone bei der Verkochung von Diarylaminocarbonsäureaziden, so Phenylindazolon



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



vom Schmp. 201° zu erhalten, was dann auch ihre große Beständigkeit erklärt. Dieselben gehen beim Erhitzen auf höhere Temperatur, auch beim Kochen mit Alkali, in die entsprechenden Indazolone über, während beim Erhitzen mit Anilin Anlagerung an Carbonyl-äthyl-o-tolyl-hydrazin zu Phenyl-1-äthyl-o-tolyl-4-semicarbazid vom Schmp. 129° statthatte. Ob nach dem von S. F. Acerce (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 Phenylindazolon. Versuche, durch Verkochen von α -Phenyl- β -benzylidenhydrazin- α -carbonsäureazid (Schmp. 133°) und α -Phenyl- β -chlorbenzylidenhydrazin- α -carbonsäureazid (Schmp. 169°) Benzylidenamino-1-indazolon und Chlorbenzyliden-amino-1-indazolon zu gewinnen, führten zwar zu alkalöslichen Verbindungen der berechneten Zusammensetzung (Schmp. 228° und 193°), die aber auch bei Einwirkung der stärksten Spaltungsmittel Aldehyd nicht abgaben. 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 angestrebt 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: „Cyklische Molekulverbindungen und Konfigurationsbestimmungen stereoisomerer Phenylhydrazone“.

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., Hölder Verein): „Über die Auswertung des Druckerweichungsversuchs“.

Sind durch dieses Prüfverfahren für Silica- und Magnesisteine 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 geliefert. In Verbindung mit den verschieden vorbehandelten Steinen wurden auch andere Versuchsreihen mit verschiedener Druckbelastung des Prüfkörpers und stufenweiser Druckverminderung während des Versuches durchgeführt.

Korreferent Dr. Miehr: Folgende Gesichtspunkte waren für die Durchführung der Versuche leitend: 1. Temperaturmessung, 2. Bau von Kohlegrieswiderstandsöfen für den Druckerweichungsversuch, 3. Temperaturanstieg, 4. Aufhebung des Belastungsdruckes, 5. Erhitzung der Prüfkörper auf eine bestimmte Temperatur und Konstanthalten derselben unter Belastung von 2 kg/cm. Es werden Wege gezeigt zur Erzielung einer gleichmäßigen Temperaturverteilung des Heizrohres.

Aus den Ausführungen der Redner und der regen Aussprache ist zusammenfassend folgendes festzustellen: Alle Versuche lassen einstweilen bei Schamottesteinen keine Gesetzmäßigkeiten 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 Absinkens anzusehen. Wie weit überhaupt dem Prüfverfahren für die Praxis Bedeutung beizumessen ist, ist wegen der verschiedenen technischen Beanspruchung der Steine noch nicht zu erkennen. Die praktische Durchführung dieser Prüfmethode 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 eingehend nachgeprüft und deren Unbrauchbarkeit für Betriebszwecke festgestellt. Der von der Referentin vorgetragenen Schnellmethode wird von der Versammlung großes Interesse entgegengebracht, da sie in besonders kurzer Zeit eine Bestimmung 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 Schwierigkeiten 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 Wärmeleitzahlen bemerkbar. Die meisten Methoden enthalten noch unbekannte Fehlerquellen, die durch die Versuchsergebnisse sehr in Frage gestellt werden. Als z. Zt. beste Versuchsanordnung wird der Zweiplattenapparat mit elektrischer Heizung und Heizringssystem angesehen.

In der Aussprache war man sich darüber klar, daß auch in der feuerfesten Industrie keine Mühe, Zeit und Kosten gescheut werden dürfen, um die noch völlig unzulänglichen und widersprüchsvollen Angaben über Wärmeleitfähigkeit feuerfester Baustoffe richtigzustellen.