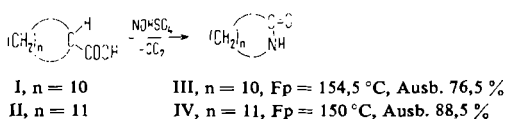


Undecyl- und Laurinlactam aus Cycloundecan- und Cyclododecancarbonsäure

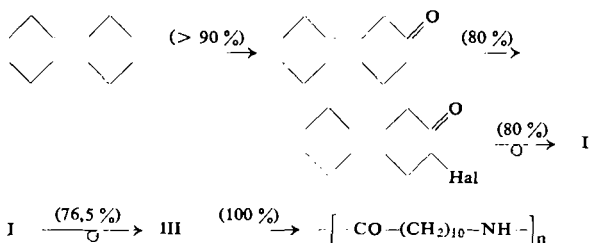
Von Dr. W. Ziegenbein und Dr. W. Lang

Wissenschaftliches Laboratorium
der Chemische Werke Hüls AG., Marl

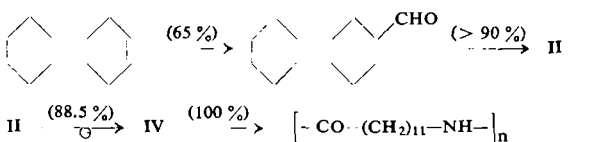
Lactame mit 11 oder 12 Kohlenstoff-Ringgliedern wurden bisher aus den Cycloalkanonen entsprechender Ringgliederzahl über die Oxime hergestellt [1]. Besonders das Lactam mit 11 Kohlenstoff-Ringgliedern ist auf diese Weise schwer zugänglich. Durch Umsetzung der Cycloundecan- und Cyclododecancarbonsäure (I) [2] bzw. Cyclododecancarbonsäure (II) (z. B. aus Cyclododecatrien-(1.5.9) oder Cyclododecen über die Formylverbindungen [3] zugänglich) mit äquimolaren Mengen Nitrosylschwefelsäure in 15–30-proz. Oleum bei 65–70 °C in Chloroform als Lösungsmittel erhielten wir das Undecyllactam [Azacyclododecanon-(2)] (III) bzw. das Laurinlactam [Azacyclotridecanon-(2)] (IV) einfach und in guten Ausbeuten.



Für Polyamid-11 ergibt sich somit der folgende mögliche neue Syntheseweg:



Für Polyamid-12:



Eingegangen am 10. Oktober 1962 [Z 368]

[1] L. Ruzicka, M. Kobelt, O. Häflicher u. V. Prelog, Helv. chim. Acta 32, 544 (1949); vgl. a. G. Wilke u. P. W. Borner, DBP. 1075601 vom 31. 3. 1958/18. 2. 1960, Studiengesellschaft Kohle m.b.H.

[2] W. Ziegenbein, Chem. Ber. 94, 2989 (1961); R. Brockhaus, unveröffentl. Versuche aus dem Wissenschaftlichen Laboratorium der Chem. Werke Hüls AG.

[3] O. Glosauer, W. Schade u. W. Schneider, unveröffentl. Versuche aus dem Wissenschaftlichen Laboratorium der Chem. Werke Hüls AG.

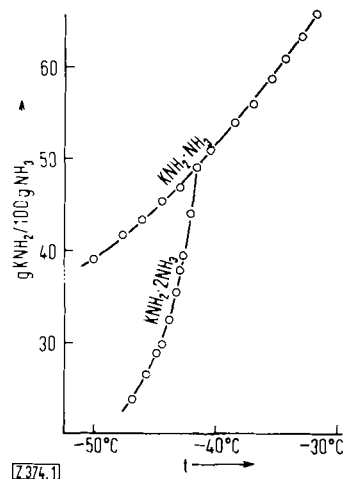
Das System Kaliumamid/Ammoniak

Von Prof. Dr. P. W. Schenk und cand. chem. H. Tullhoff

Institut für Anorganische Chemie der Freien Universität Berlin

Über die Löslichkeiten der Alkali-amide in flüssigem Ammoniak liegen nur wenige Angaben vor. Nach C. A. Kraus [1] ist KNH_2 leichter löslich als NaNH_2 und nach E. C. Franklin [2] enthält eine bei $-33,5^\circ\text{C}$ gesättigte Lösung von KNH_2 in 100 cm^3 Lösung 45 g KNH_2 , während H. Hunt und L. Boneyk [3] für die Löslichkeit bei $+25^\circ\text{C}$ 3,6 g KNH_2 in 100 g NH_3 fanden. Mit einer von uns entwickelten Apparatur für Löslichkeitsbestimmungen in verflüssigten Gasen, über

die wir an anderer Stelle berichten werden, können wir mit einer einzigen Einwaage nicht nur das Löslichkeitsdiagramm über ein breites Temperaturintervall, sondern auch die ausfallenden Bodenkörper untersuchen. Für das System KNH_2/NH_3 fanden wir in Übereinstimmung mit R. Juza und A. Mehne [4] als stabilen Bodenkörper unterhalb -42°C das $\text{KNH}_2 \cdot 2\text{NH}_3$. Oberhalb dieser Temperatur erhielten wir $\text{KNH}_2 \cdot \text{NH}_3$ in würfelförmigen Kristallen von etwa 3 mm Durchmesser. Bei nicht allzu starker Unterkühlung unter -42°C erhält man statt der plättchenförmigen Kristalle des Diammoniakats auch das dann metastabile Monoammoniakat, dessen Löslichkeit gleichfalls bestimmt werden konnte. Bei etwa -50°C kippt dann das System unter reichlicher Abscheidung des stabilen Diammoniakats um. Das Diagramm und einige Werte zeigen die verschiedenen Löslichkeiten und lassen erkennen, daß der Franklinsche Wert sich gut einfügt. Alle Werte sind in g $\text{KNH}_2/100\text{ g NH}_3$ angegeben.



Das System KNH_2/NH_3

t °C	KNH_2/NH_3	$\text{KNH}_2 \cdot 2\text{NH}_3$
-32,4	65,8	
-39,1	54,0	
-42,2	49,2	
-42,5		44,3
-43,5	46,9	
-44,1		32,5
-45,2	45,5	28,9
-46,5	43,4	
-47,1		23,6
-50,5	39,1	

Eingegangen am 15. Oktober 1962 [Z 374]

[1] C. A. Kraus, J. Amer. chem. Soc. 30, 1336 (1908).

[2] E. C. Franklin, Z. Physik. Chem. 69, 290 (1909).

[3] H. Hunt u. L. Boneyk, J. Amer. chem. Soc. 55, 3529 (1933).

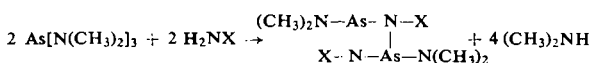
[4] R. Juza u. A. Mehne, Z. Anorg. allg. Chem. 299, 41 (1959).

Amino-arsane durch Umaminierung

Von Dr. H. J. Vetter und Priv.-Doz. Dr. H. Nöth

Institut für Anorganische Chemie der Universität München

Die $(\text{CH}_3)_2\text{N}$ -Liganden im Tris(dimethylamino)-arsan (I), $\text{As}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_3$ [1], können durch N-H-Bindungen enthaltende Substanzen successive substituiert werden. Verbindungen des Types $\text{X}-\text{NH}_2$ reagieren mit (I) gemäß



X	Fp [°C]	Kp [°C]	Mol.-Gew. ber. dimer	Mol.-Gew. gef.
n-C ₄ H ₉	—	Öl, nicht dest.	380,2	385
C ₆ H ₅	163–165	110 Subl./HV	420,2	415
C ₆ H ₅ CO	213–215	165 Subl./HV	476,2	—
N(CH ₃) ₂	—	106/2 Torr	354,1	356