

Bestimmung von Alkylformamiden. Die bei der Einwirkung von Kohlenmonoxyd auf Alkylamine entstehenden Alkylformamide wurden hydrolysiert und die dabei gebildete Ameisensäure nach den üblichen Methoden bestimmt. Nachdem die Hydrolyse mit verdünnten Mineralsäuren infolge teilweiser Zersetzung der Ameisensäure keine befriedigenden Resultate ergeben hatte, wurde die Verseifung mit Natriumcarbonat-Lösung durchgeführt (Natriumhydroxyd lieferte zu hohe Werte).

Die Lösung der Alkylformamide wurde mit einem Überschuss von 2-n. Na_2CO_3 zum Sieden erhitzt. Die Amine wurden mittels Wasserdampfdestillation innert 4 Std. quantitativ abgetrieben. Die zurückbleibende Formiatlösung wurde mit überschüssigem Kaliumpermanganat 30 Min. auf dem Wasserbad erhitzt und nach Erkalten mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Nach Zusatz von Kaliumjodidlösung wurde der Überschuss an Permanganat mit 0,1-n. Natriumthiosulfat zurücktitriert. Es wurden nach dieser Methode 99,3 bis 100 % der vorgelegten Alkylformamide bestimmt. Wenn neben den Alkylformamiden noch Alkylammoniumformiate vorliegen, so werden alle Verbindungen zusammen nach der beschriebenen Methode in Form von Ameisensäure bestimmt.

Brechungsindices der Alkylformamide. In der Literatur fehlen die Werte für die Brechungsindices der meisten Alkylformamide. Von einer Reihe solcher wurden nach Reinigung durch mehrmalige Vakuumdestillation die Brechungsindices bei 20° mit dem Abbe-Refraktometer bestimmt:

	n_{20}°		n_{20}°
Methylformamid	1,4319	n-Propylformamid	1,4358
Dimethylformamid	1,4306	Isopropylformamid	1,4299
Äthylformamid	1,4320	n-Butylformamid	1,4411
Diäthylformamid	1,4349	n-Heptylformamid	1,4490

Zusammenfassung.

Es wurde die Einwirkung von Kohlenmonoxyd auf aliphatische Amine in alkoholischer und wässriger Lösung sowie in Abwesenheit von Lösungsmitteln untersucht:

1. Aliphatische Amine werden in Anwesenheit von alkoholischen Alkalialkoholatlösungen mit Kohlenmonoxyd bei erhöhtem Druck vollständig zu Alkylformamiden umgesetzt.

2. Aliphatische Amine werden in wässriger Lösung mit Kohlenmonoxyd bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck teilweise zu einem Gemisch von Alkylformamiden und Alkylammoniumformiaten umgesetzt.

3. Aliphatische Amine reagieren mit Kohlenmonoxyd in Anwesenheit von Lithiumalkylamiden, die sich durch Umsetzung von lithiumorganischen Verbindungen mit den Aminen bilden, unter Bildung von Alkylformamiden.

Technisch-chemisches Laboratorium
der Eidg. Technischen Hochschule, Zürich.

Erratum.

Helv. 37, 1300 (1954), Abhandlung Nr. 150 von K. Eichenberger, R. Rometsch und J. Druey, Tabelle 1, Nr. 4, 2. Zeile, lies: 302 μ anstatt 312 μ .