# JÜRGEN FALBE und FRIEDHELM KORTE

# Imide durch Reaktion ungesättigter Amide mit Kohlenmonoxyd

Aus der Shell Grundlagenforschung-Gesellschaft m. b. H., Schloß Birlinghoven, Siegkreis (Eingegangen am 5. Mai 1962)

Aliphatische α.β- und β.γ-ungesättigte Carbonsäureamide reagieren in Gegenwart von Kobalt-Katalysatoren mit Kohlenmonoxyd zu Succin- bzw. Glutarimiden. Bei längerkettigen ungesättigten Carbonsäureamiden tritt teilweise Isomerisierung ein, wobei aus α.β-ungesättigten Carbonsäureamiden auch Glutarimide entstehen können. — Alicyclische ungesättigte Carbonsäureamide reagieren zu bicyclischen Imiden.

Es ist bekannt, daß man Oxoester durch Hydroformylierung von ungesättigten Carbonsäureestern erhalten kann 1).

Bei dem Versuch, analog Oxoamide nach der folgenden Gleichung herzustellen, entdeckten wir eine neue Synthese für cyclische Imide.

Es zeigte sich nämlich, daß die Reaktion nicht nach obiger Gleichung verlief, sondern daß der Wasserstoff sich unter den gewählten Bedingungen an der Reaktion nicht beteiligt. Als Reaktionsprodukte wurden cyclische Imide, im Falle des Acrylamids z. B. Succinimid, erhalten. Wiederholung der Versuche ohne Wasserstoff nur in Gegenwart von Kohlenmonoxyd bestätigte dieses Ergebnis; alleiniges Reaktionsprodukt war Succinimid.

$$H_2C=CH-C$$
 $NH_2$ 
 $+ CO$ 
 $\xrightarrow{Katalysator}$ 
 $O=C$ 
 $N$ 
 $H$ 
 $I$ 

Die Reaktion erwies sich als allgemein anwendbar. So entstehen aus  $\alpha.\beta$ -ungesättigten Carbonsäureamiden Succinimide und aus  $\beta.\gamma$ -ungesättigten Carbonsäureamiden Glutarimide.

Die ungesättigten Amide können sowohl am Stickstoff als auch in  $\alpha$ - oder  $\beta$ -Stellung durch Alkyl-, Aralkyl- oder Arylgruppen substituiert sein und ergeben die entsprechenden substituierten Succin- oder Glutarimide.

Als Besonderheit kann bei β-alkylsubstituierten α.β-ungesättigten Carbonsäureamiden unter den Reaktionsbedingungen eine Wanderung der Doppelbindung auftreten, wobei neben den erwarteten Succinimiden auch Glutarimide erhalten werden.

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> M. Orchin, Advances in Catalysis V, 391 [1953]; H. Adkins und G. Krsek, J. Amer. chem. Soc. 71, 3051 [1949].

#### KATALYSATOR UND REAKTIONSBEDINGUNGEN

Als Katalysator wirkt bei der beschriebenen Reaktion Kobalt, sowohl als Raney-Kobalt wie in Form von Salzen, Carbonylen oder Carbonylwasserstoffen. Die besten Ergebnisse wurden mit Dikobaltoctacarbonyl erzielt, wie aus Tab. 1 ersichtlich ist.

Tab. 1. Ausbeute an Succinimid bei 2stdg. Einwirkung von CO auf Acrylamid bei 300 at und 200° in Gegenwart verschiedener Katalysatoren

Katalysator	$Co_2(CO)_8$	Raney-Co	Co(CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	Ni(CO)4
% Ausbeute	81	54	21	_

Den Einfluß der Reaktionsbedingungen auf die Succinimid-Ausbeute zeigt Tab. 2.

Tab. 2. Reaktion von Acrylamid mit Kohlenmonoxyd in Gegenwart von Co<sub>2</sub>(CO)<sub>8</sub> bei verschiedenen Temperaturen und Drucken

				<del></del>	
ReaktTemp. (°C)	175	180	200	200	200
Druck (at)	270	200	235	300	306
% Succinimid	54	64	71	81	82

### REAKTION MIT N-SUBSTITUIERTEN ACRYLAMIDEN

Ähnlich wie Acrylamid reagieren auch N-substituierte Acrylamide. Es ist dabei für den Reaktionsverlauf ohne großen Einfluß, ob der Substituent am Stickstoff eine Alkyl-, Aryl- oder Aralkylgruppe darstellt, wenn er nicht sehr raumfüllend ist, wie z. B. der 2.6-Dichlorphenylrest. In diesem Falle ist die Ausbeute geringer. Die dargestellten Verbindungen zeigt Tab. 3.

Tab. 3. Reaktion von N-alkyl-, N-aryl- und N-aralkyl-substituierten Acrylamiden mit Kohlenmonoxyd in Gegenwart von Dikobaltoctacarbonyl

Ausgangsmaterial	Druck (at)	ReaktTemp.	ReaktProdukt	Ausb.
N-Methyl-acrylamid	279	200	N-Methyl-succinimid	65
N-Butyl-acrylamid	311	200	N-Butyl-succinimid	72
N-Isobutyl-acrylamid	305	200	N-Isobutyl-succinimid	80
N-Hexyl-acrylamid	268	200	N-Hexyl-succinimid	77
N-Lauryl-acrylamid	271	200	N-Lauryl-succinimid	55
N-Carbäthoxymethyl- acrylamid	302	220	Succinimidoessigsäure-äthylester	70
N-Phenyl-acrylamid (Acrylanilid)	297	240	N-Phenyl-succinimid	64
N-p-Chlorphenyl- acrylamid	307	240	N-p-Chlorphenyl-succinimid	65
N-2.6-Dichlorphenyl- acrylamid	309	240	N-2.6-Dichlorphenyl-succinimid	44
N-Benzyl-acrylamid	272	240	N-Benzyl-succinimid	92

Das  $\alpha.\beta$ -ungesättigte Carbonsäureamid kann auch in  $\alpha$ -Stellung substituiert sein. So ergeben Methacrylamid und N-substituierte Methacrylamide ebenfalls in hohen Ausbeuten die entsprechenden substituierten Succinimide.

 $\alpha.\beta$ -Ungesättigte Carbonsäureamide mit Arylsubstituenten in  $\beta$ -Stellung gehen analoge Reaktionen ein. Zimtsäureamid ergibt z. B.  $\alpha$ -Phenyl-succinimid in 32-proz. Ausbeute.

Tab. 4. Reaktion von Methacrylamiden mit Kohlenmonoxyd in Gegenwart von Dikobaltoctacarbonyl bei 300 at

Ausgangsmaterial	ReaktTemp.	ReaktProdukt	Ausb (%)
Methacrylamid	240	α-Methyl-succinimid	68
N-Methyl-methacrylamid	240	N-Methyl-a-methyl-succinimid	70
N-n-Butyl-methacrylamid	200	N-n-Butyl-a-methyl-succinimid	74
N-Benzyl-methacrylamid	280	N-Benzyl-a-methyl-succinimid	76
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH=CH-	-C NH <sub>2</sub> + CO	Katalysator O=C C=O	

Ist jedoch der Substituent in  $\beta$ -Stellung eine Alkylgruppe, so werden unter den angewandten Reaktionsbedingungen nicht nur die erwarteten Succinimide, sondern auch Glutarimide erhalten. Crotonamid ergibt z. B. neben 68% d. Th.  $\alpha$ -Methylsuccinimid (II), 19% d. Th. Glutarimid (IV) und  $\beta$ -Methyl-crotonamid sogar ausschließlich  $\beta$ -Methyl-glutarimid (V) in 67% Ausbeute. Diese Ergebnisse können durch Wanderung der Doppelbindung unter den gewählten Reaktionsbedingungen erklärt werden:

$$CH_{3}-CR=CH-C \xrightarrow{O} \longleftrightarrow \left(CH_{2}=CR-CH_{2}-C \xrightarrow{O} \xrightarrow{Katalysator} \right)$$

$$CH_{3}-CR=CH-C \xrightarrow{O} \longleftrightarrow \left(CH_{2}=CR-CH_{2}-C \xrightarrow{O} \xrightarrow{Katalysator} \right)$$

$$R = H: II, 68\% IV, 19\%$$

$$R = CH_{3}: III, 0\% V, 67\%$$

$$II, III \qquad IV, V$$

## REAKTION MIT β.γ-UNGESÄTTIGTEN CARBONSÄUREAMIDEN

 $\beta.\gamma$ -Ungesättigte Carbonsäureamide reagieren zu Glutarimiden. So ergibt Dimethylvinyl-acetamid  $\alpha.\alpha$ -Dimethyl-glutarimid (VI) in 58-proz. Ausbeute und Dimethylpropenyl-acetamid  $\alpha.\alpha.\alpha'$ -Trimethyl-glutarimid (VII) in 64-proz. Ausbeute.

$$R-CH=CH-C(CH_3)_2-CONH_2 + CO \xrightarrow{Kaialysator} CH_3 VI: R = H, 58\% VII: R = CH_3,64\%$$

## REAKTION MIT ALICYCLISCHEN UNGESÄTTIGTEN CARBONSÄUREAMIDEN

Alicyclische ungesättigte Carbonsäureamide reagieren in der aufgezeigten Weise und ergeben bicyclische Imide. Bei  $\alpha.\beta$ -ungesättigten Carbonsäureamiden entstehen wie auch bei den vorstehend beschriebenen aliphatischen Verbindungen fünfgliedrige und bei  $\beta.\gamma$ -ungesättigten aliphatischen Carbonsäureamiden sechsgliedrige Imidringe.

 $\Delta^1$ -Cyclohexen-carbonsäure-(1)-amid ergibt Hexahydrophthalimid (VIII) in 91-proz. Ausbeute,

während Δ¹-Cyclohexenylacetamid 1.3-Dioxo-hexahydroisochinolin (IX) in 41-proz. Ausbeute liefert.

Ungesättigte N-Dialkylamide und aromatische Carbonsäureamide, wie z. B. Benzamid, bleiben unter den beschriebenen Reaktionsbedingungen unverändert.

#### ZUM REAKTIONSMECHANISMUS

Es konnte erwartet werden, daß die beschriebene Reaktion, ähnlich anderen, durch Kobaltcarbonyle katalysierten Reaktionen 2), über einen intermediären Kobalt-Komplex verläuft. Um nähere Informationen über den Reaktionsmechanismus zu erhalten, wurden die nachfolgend beschriebenen Versuche bei Normaldruck mit stöchiometrischen Katalysatormengen durchgeführt.

Einer Lösung von Dikobaltoctacarbonyl wurde eine äquimolare Menge des ungesättigten Carbonsäureamids in Aceton zugetropft. Dabei trat Kohlenmonoxydentwicklung ein. Nach Aufarbeitung der Reaktionsmischung konnte ein Kobalt-

$$\left[ \text{Co(CO)}_{2} \left( \text{H}_{2}\text{C-CH-C} \right)_{NH_{2}}^{O} \right]_{n} \quad X$$

Komplex isoliert werden, dem nach der Elementaranalyse Formel X zugeschrieben werden kann. Die Infrarot-Analyse zeigte, daß die C—N-Bindung im Komplex noch in der Amidstruktur (1660/cm) und nicht in der Imidstruktur vorliegt.

Der isolierte Komplex wurde in einer Sublimationsapparatur auf die Reaktionstemperatur der Hochdruckversuche erhitzt (200-240°). Dabei zersetzte er sich unter Bildung von Succinimid, welches sich am Kühlfinger niederschlug.

Diese Versuche zeigen, daß der isolierte Komplex eine Zwischenstufe bei der Darstellung von Succinimid sein kann. Es wird z. Z. untersucht, ob er auch bei den Hochdruckversuchen intermediär entsteht und die einzige Zwischenstufe bei der beschriebenen Synthese darstellt.

<sup>2)</sup> R. HECK und D. Breslow, J. Amer. chem. Soc. 83, 4023 [1961].

Tab. 5. Übersicht über die dargestellten Imide

Ausgangsprodukt	Endprodukt	Sdp./Torr	Schmp.	Summenformel (MolGew.)		ပ	Analyse H	z	, נס	Ausb.	CO- Frequenzen
Acrylamid	Succinimid (I)	$127 - 130^{\circ}/0.04$	125°	C <sub>4</sub> H <sub>5</sub> NO <sub>2</sub> (99.1)	Ber. Gef.	48.48 48.69	5.09	14.14 14.85		82	1688/cm 1768/cm
N-Methyl-acrylamid <sup>3)</sup>	N-Methyl- succinimid	125-128°/15	و69	C <sub>5</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub> (113.1)	Ber. Gef.	53.09	6.24 6.37	12.38 12.42		64.5	1685/cm 1760/cm
N-n-Butyl-acryl- amid <sup>4)</sup>	N-n-Butyl- succinimid	138°/12		C <sub>8</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub> (155.2)	Ber. Gef.	61.91 62.14	8.44 8.56	9.03 9.19		72	1698/cm 1767/cm
N-Isobutyl- acrylamid <sup>5)</sup>	N-Isobutyl- succinimid	132°/17		C <sub>8</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub> (155.2)	Ber. Gef.	61.91 62.40	8.44 9.06	9.03		08	1700/cm 1765/cm
N-Hexyl-acrylamid	N-Hexyl- succinimid	158°/13		$C_{10}H_{17}NO_2$ (183.2)	Ber. Gef.	65.54 65.50	9.35	7.64		8.92	1702/cm 1768/cm
N-Lauryl- acrylamid <sup>6)</sup>	N-Lauryl- succinimid	130-156°/0.04		C <sub>16</sub> H <sub>29</sub> NO <sub>2</sub> (267.4)	Ber. Gef.	71.86	10.93 11.51	5.24 5.67	•	54.7	1687/cm 1763/cm
N-Carbäthoxy- methyl-acrylamid	Succinimidoessig- säure-äthylester	125°/0.5	67°	C <sub>8</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>4</sub> (185.2)	Ber. Gef.	51.88 51.52	5.99 6.24	7.56		6.69	1698/cm 1775/cm
N-Phenyl- acrylamid 7)	N-Phenyl- succinimid		157°	$C_{10}H_9NO_2$ (175.2)	Ber. Gef.	68. <b>5</b> 6 68. <b>5</b> 9	5.18	8.00		64.3	1700/cm 1770/cm
N-p-Chlorphenylacrylacrylamid	N-p-Chlorphenyl-succinimid		167°	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> ClNO <sub>2</sub> (207.6)	Ber. Gef.	57.30 57.12	3.85	6.68 10	16.91 (17.29	64.5	1705/cm 1768/cm
N-2.6-Dichlor- phenyl-acrylamid	N-2.6-Dichlor- phenyl- succinimid		150°	C <sub>10</sub> H <sub>7</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub> (244.1)	Ber. Gef.	49.09	2.84	5.74 2 5.47 2	29.05 28.61	4.2	1720/cm 1780/cm
N-Benzyl- acrylamid 8)	N-Benzyl- succinimid		20	C <sub>11</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub> (189.2)		69.82	5.86	7.40	•	7.16	1700/cm 1769/cm
Methacrylamid 2)	$\alpha$ -Methyl-succinimid (II)	92°/0.2	وي	C <sub>5</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub> (113.1)	Ber. Gef.	53.09 53.92		12.38 12.41		68.2	1700/cm 1760/cm
N-Methyl- methacrylamid <sup>9)</sup>	N-Methyl-	111°/12		C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> NO <sub>2</sub> (127.1)		56.68 57.12		11.02	•	70.2	1695/cm 1765/cm
N-n-Butyl- methacrylamid 10)	N-n-Butyl- α-methyl- succinimid	131°/12		C <sub>9</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>2</sub> (169.2)	Ber. Gef.	63.88 64.92	8.94 9.40	8.28 9.19		73.6	1700/cm 1770/cm

1705/cm 1770/cm	1718/cm 1775/cm	1700/cm 1770/cm	1718/cm 1761/cm	1705/cm 1750/cm	1698/cm 1753/cm	1705/cm 1750/cm
76.2	9.99	31.7	57.7	64.2	91	14
6.89 7.21	11.02	8.00 8.28	9.92 9.77	9.05 9.10 55	9.14 9.60	8.38
6.45	7.14	5.18	7.85 7.96	8.44 8.60 jew. 1	7.24	7.84 7.81
70.91 71.39	56.68 56.69	68.56 69.59	59.99 59.80	62.20 8.60 9.10 MolGew. 155	62.72 7.24 62.86 7.23	64.65 64.93
Ber. Gef.	Ber. Gef.	Ber. Gef.	Ber. Gef.	Ber. Gef.	Ber. Gef.	Ber. Gef.
C <sub>12</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub> (203.2)	C <sub>6</sub> H <sub>9</sub> NO <sub>2</sub> (127.1)	C <sub>10</sub> H <sub>9</sub> NO <sub>2</sub> (175.2)	$C_7H_{11}NO_2$ (141.2)	C <sub>8</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub> (155.2)	C <sub>8</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub> (153.2)	$C_9H_{13}NO_2$ (167.2)
	_					
	143°		130°	139°	132°	185°
123-125°/0.15	143°	165°/0.2	105°/0.25 130°	139°	132°	,
N-Benzyl- $123-125^{\circ}/0.15$ $\alpha$ -methyl- succinimid	β-Methyl-glutar- imid (V)	$\alpha$ -Phenyl- 165°/0.2 succinimid	105°/0.25	α.α.α'-Trimethyl- glutarimid (VII)	Hexahydro- phthalimid (VIII)	1.3-Dioxo-hexa- 185° hydroisochinolin (IX)

American Cyanamid Co., N. Y. (J. G. Erickson), Amer. Pat. 2534585 vom 15. 4. 1948, C. A. 45, 3867 [1951]

H. PLAUT und J. J. RITTER, J. Amer. chem. Soc. 73, 4076 [1951]

7) В. F. GOODRICH Co., Т. L. GRESHAM und F. W. SHAVER, Franz. Pat. 943459 vom 19. 3. 1947, С. 1950 I, 1281. ROHM & HAAS Co., Philadelphia, Engl. Pat. 733097 vom 30. 12. 1952, C. 1958, 5512.

8) CH. L. PARRES und R. M. CHRISTENSON, J. org. Chemistry 25, 331-334 [1960]

 Allied Chemical & Dye Corp., New York N. Y., Amer. Pat. 2683741 vom 13. 7. 1954, C. 1956, 2025.
 American Cyanamid Co., N. Y. (J. G. Erickson), Amer. Pat. 2534585 vom 15. 4. 1948, C. 1951 II, 2810. 9

T. A. Sokolova, J. allg. Chem. (russ.) [89] 27, 2205 [1957] Ξ 12)

K. v. Auwers, Liebigs Ann. Chem. 432, 72 [1923]

COURTOT, Bull. Soc. chim. France [3] 35, 121 [1906] TH. POSNER, Ber. dtsch. chem. Ges. 38, 2320 [1905]

C. COURTOT, Bull. Soc. chim. France [3] 35, 221 [1906]

O. ASCHAN, Liebigs Ann. Chem. 271, 274 [1892]

## BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Die 1R-Spektren wurden mit dem Perkin-Elmer 221 gemessen. Die Schmelzpunkte wurden unter dem Mikroskop-Heiztisch, Fa. Leitz, bestimmt und sind unkorrigiert.

Noch nicht bekannte Ausgangsamide (Tab. 6) wurden entsprechend der Vorschrift von D. T. Mowry und R. R. Morner<sup>18)</sup> aus Acrylchlorid und den entsprechenden Aminen dargestellt.

Amid	Sdp./Torr				Analyse			Ausb.	CO-
Amid	Schmp.			С	H	N	Cl	%	Frequenz
N-Hexyl-acrylamid	117°/0.15	C <sub>9</sub> H <sub>17</sub> NO	Ber.	69.63	11.04	9.02		57.3	1655/cm
	-	(155.2)	Gef.	69.22	11.14	9.30			
N-Carbäthoxy-	164°/14	C <sub>7</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>3</sub>	Ber.	53.49	7.05	8.91		74.0	1655/cm
methyl-acrylamid	_	(157.2)	Gef.	53.74	7.09	8.91			
N-p-Chlorphenyl-	-	C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> ClNO	Ber.	59.51	4.44	<b>7</b> .71	19.52	75.0	1655/cm
acrylamid	187°	(181.6)	Gef.	59.60	4.53	7.67	19.54		
N-2.6-Dichlorphenyl	. –	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub> NO	Ber.	50.04	3.27			54.0	1655/cm
acrylamid	154°	(215.1)	Gef.	49.25	3.58				•

Tab. 6. Übersicht über die dargestellten Amide

Darstellung der Acrylamide: 2 Mol des entsprechenden Amins in absol. Äther wurden in einem Dreihalskolben vorgelegt und 1 Mol Acrylchlorid unter Rühren und Außenkühlung zugetropft. Nach Beendigung der Reaktion wurde das ausgefallene Amin-hydrochlorid abgesaugt und zur restlosen Gewinnung des Amids mit Äther extrahiert. Die ätherischen Lösungen wurden vereinigt, über MgSO<sub>4</sub> getrocknet, der Äther abdestilliert und das Rohprodukt destilliert oder umkristallisiert.

Darstellung der Imide: 71 g Acrylamid, stabilisiert durch Zugabe von etwas Hydrochinon, 11.6 g Dikobaltoctacarbonyl, gelöst in 100 ccm Benzol und 300 ccm Aceton, wurden in einen 1-I-Magnethubrührautoklaven aus V4A-Stahl (Fa. Andreas Hofer, Mülheim/Ruhr) gebracht. Es wurden 170 at Kohlenmonoxyd aufgedrückt und unter Rühren auf 200° erhitzt. Nach Erreichen dieser Temperatur wurde Kohlenmonoxyd bis zu einem Enddruck von ca. 300 at nachgedrückt und weitere 2 Stdn. gerührt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wurde das überschüss. Kohlenmonoxyd abgeblasen, Katalysatorzersetzungsprodukte abgesaugt, Aceton und Benzol abdestilliert, das Rohprodukt i. Vak. destilliert und aus Essigester umkristallisiert (Tab. 5).

Darstellung von α-Methyl-succinimid (II) und Glutarimid (IV): Analog der Darstellung von Succinimid aus 127.2 g Crotonamid<sup>19)</sup>, 17.4 g Dikobaltoctacarbonyl in 150 ccm Benzol und 300 ccm Aceton. Anfangsdruck 170 at, Enddruck 302 at, Reaktionstemperatur 243°. Reaktionszeit 6 Stdn.

Ausb. 163.4 g (96.5 % d. Th.). IR-Analyse ergab folgende Zusammensetzung für das Reaktionsprodukt: 70 % II, 20 % IV und 10 % Nebenprodukte unbekannter Zusammensetzung. Das Reaktionsgemisch wurde durch Säulenchromatographie an einer Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Säule mit

<sup>18)</sup> J. Amer. chem. Soc. 69, 1831 [1947].

<sup>19)</sup> M. A. PHILLIPS, J. chem. Soc. [London] 1926, 2981.

Diäthyläther als Elutionsmittel getrennt. Nach Abdestillieren des Äthers wurden die erhaltenen Produkte umkristallisiert. Schmp. 65° (α-Methyl-succinimid), 163° (Glutarimid). IR-Spektrum: Frequenzen 1075/cm und 925/cm charakteristisch für II, 1132/cm charakteristisch für IV (KBr-Preßling).

C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub> (113.1) Ber. C 53.09 H 6.24 N 12.38 Gef. C 53.12 H 6.31 N 12.27

Versuche zur Aufklärung des Reaktionsmechanismus: In einem 2-l-Kolben, versehen mit Rührer, Rückflußkühler mit aufgesetztem Gasableitungsrohr und Vakuumtropftrichter, wurden 14.2 g Acrylamid in 50 ccm absol. Aceton vorgelegt. Nach Verdrängen der Luft mit Reinst-Stickstoff wurde das Reaktionsgefäß auf 30° erwärmt und anschließend eine Lösung von 34.23 g Dikobaltoctacarbonyl in 450 ccm absol. Benzol langsam zugetropft. Die entwickelte Kohlenmonoxydmenge wurde mit Hilfe einer Gasuhr zu 1.1 l bestimmt. Nach Beendigung der Kohlenmonoxydentwicklung wurde das Benzol i. Vak. bei 30° Wasserbadtemperatur abdestilliert und der klebrige violette Rückstand aus absol. Aceton/absol. Benzin (40/120) umkristallisiert. Kristalle (X), die sich bei 165—175° unter Bildung von Succinimid zersetzen. Der Komplex reagiert mit Wasser unter Kohlenmonoxydentwicklung. IR-Spektrum: CO-Frequenz 1660/cm (KBr-Preßling).

C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>CoN<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (257.1) Ber. C 37.37 H 3.92 N 10.89 Co 22.92 Gef. C 37.30 H 4.00 N 9.89 Co 22.85