

## GEORG NEURATH und EDITH DOERK

**Identifizierung und quantitative Bestimmung einzelner primärer und sekundärer Amine aus Gemischen als 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide**

Aus dem Forschungslaboratorium der Firma H. F. & Ph. F. Reemtsma, Hamburg  
(Eingegangen am 13. August 1963)

Die spektrophotometrische Bestimmung einzelner Amine aus Gemischen nach chromatographischer Trennung als 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide (NABSA) wird beschrieben. Die Darstellung der Derivate geschieht in organischen Lösungsmitteln oder in zweiphasig wäßrigen Systemen. Die Schmelzpunkte und molaren Extinktionen von 45 NABSA werden angegeben. Die Derivate sind durch ihre gute Kristallisierbarkeit und Eigenfarbe ebenso zur Isolierung und Identifizierung von Aminen als auch aufgrund ihrer einheitlichen molaren Extinktion zur quantitativen Bestimmung von Aminen im Mikromaßstab gut geeignet.

Über die Verwendung von 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-chlorid als Reagenz auf Alkohole berichtete E. HECKER 1955<sup>1,2)</sup>. Das Reagenz wurde aufgrund seiner Vorzüge, gut kristallisierende, farbige und chromatographierbare Derivate zu liefern, in der Folgezeit z. B. von A. BUTENANDT<sup>3,4)</sup> in seinen Arbeiten über das Bombykol benutzt. Ebenso berichtete E. S. AMIN<sup>5)</sup> in seiner Arbeit über den *Bombyx mori*-Lockstoff über die Verwendung von NABS-Chlorid.

Die erwähnten Eigenschaften des Reagenzes und die für die Ester von E. HECKER<sup>1)</sup> beschriebene Unabhängigkeit der molaren Extinktion der Derivate von der Ausgangsverbindung haben uns veranlaßt, das 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-chlorid für die Identifizierung und quantitative Bestimmung von Aminen nutzbar zu machen.

Die 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide einer Reihe primärer und sekundärer aliphatischer und aromatischer Amine und von heterocyclischen Stickstoffverbindungen wurden dargestellt und ihre molaren Extinktionen vermessen. Wie bei den Estern zeichnen sich die Derivate durch gute Kristallisierbarkeit und hohe Schmelzpunkte aus. Ihre intensive Farbe ist bei der chromatographischen Trennung für die quantitative Bestimmung im Mikromaßstab von großem Vorteil.

Die K-Bande in der UV-Absorption der 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide liegt konstitutionsunabhängig in Äthanol bei 336—337 m $\mu$ . Bedingt durch die  $\pi$ -p-Konjugation des freien Elektronenpaares am Amidstickstoff tritt also gegenüber den Estern eine bathochrome Verschiebung um 5 m $\mu$  ein. Der Mittelwert aus den molaren Extinktionen der in Tab. I aufgeführten Amine ergibt sich zu  $\epsilon = 29670$ ,  $s = \pm 650$  Ein-

1) E. HECKER, Chem. Ber. **88**, 1666 [1955].

2) E. S. AMIN und E. HECKER, Chem. Ber. **89**, 695 [1956].

3) A. BUTENANDT und H. REMBOLD, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **308**, 284 [1957].

4) A. BUTENANDT, D. STAMM und E. HECKER, Chem. Ber. **94**, 1931 [1961].

5) E. S. AMIN, J. chem. Soc. [London] **1957**, 3764.

heiten. Wie bei den Estern ist also auch bei den Aminen eine Molekulargewichtsbestimmung aus den molaren Extinktionen möglich.

Tab. 1. Schmelzpunkte und molare Extinktion einiger 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide, gemessen in Äthanol bei  $\lambda = 336-337 \text{ m}\mu$

4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amid von	Schmp. °C	molare Extinktion
<i>Ammoniak</i>		
Monoderivate Aceton-Fraktion	278—279	29 700
<i>Primäre aliphatische Amine</i>		
Methylamin	225—226	29 600
Äthylamin	211.5—213	30 400
n-Propylamin	188—189	29 900
n-Butylamin	193—193.5	30 000
n-Amylamin	166—167	30 400
n-Hexylamin	167—168	29 000
n-Heptylamin	146—147	29 200
n-Octylamin	141—142	30 100
Isopropylamin	233—234	29 400
sek.-Butylamin	184—185	29 600
tert.-Butylamin	215.5—216.5	29 000
Isoamylamin	165—166	31 000
2-Äthyl-hexylamin	145—146	29 100
<i>Sekundäre aliphatische Amine</i>		
Dimethylamin	168.5—169.5	29 100
Diäthylamin	157.5—158	30 800
Di-n-propylamin	152—153	29 100
Di-n-butylamin	128—129	30 400
Di-n-amylamin	98—99	29 600
Di-n-hexylamin	71—72	29 400
Diallylamin	95.5—96	29 200
Methyläthylamin	171—172	29 400
Methylbutylamin	95—96	29 600
Diisopropylamin	219.5—221	29 400
Diisobutylamin	151.5—152.5	30 100
Bis-[2-äthyl-hexyl]-amin	flüssig	—
Dicyclopentylamin	254—255	29 400
Dicyclohexylamin	293—294.5	29 400
<i>Aromatische Amine</i>		
Anilin	265—265.5	28 700
m-Toluidin	218—219.5	29 200
p-Toluidin	259.5—260.5	30 400
3,4-Dimethyl-anilin	217.5—218.5	30 300
$\beta$ -Naphthylamin	265—265.5	30 100
Benzylamin	228—229	30 600
Methylbenzylamin	145—146	29 800
N-Benzylanilin	137.5—138.5	30 000
Dibenzylamin	165—166	28 900
<i>Heterocyklen</i>		
Pyrrrolidin	177.5—178.5	29 900
Piperidin	191.5—192.5	28 700
Morpholin	215—218	29 100
<i>Alkaloide</i>		
Anabasin	178—179	30 800
Nornicotin	172—173	29 300
Metanicotin	154—155.5	28 600
Myosmin	202—204	30 900

Tertiäre Amine bilden unter den gegebenen Bedingungen mit dem Reagenz schwerlösliche Komplexe, deren Untersuchung noch nicht abgeschlossen ist. Daher ist die Verwendung von Pyridin als Chlorwasserstoffacceptor bei Amingemischen nicht zweckmäßig. In Gegenwart von Natriumhydrogencarbonat als Chlorwasserstoffacceptor verläuft die Darstellung der 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide in organischen Lösungsmitteln – Chloroform oder Benzol – oder mit diesen Lösungsmitteln zweiphasig aus wäßriger Lösung praktisch quantitativ. Die in Benzol schwerlöslichen Produkte der tertiären Amine bieten eine Möglichkeit, diese bei der Auftrennung von Amingemischen aus Naturstoffen von primären und sekundären Aminen in einem Arbeitsgang gut abzutrennen.

Aminosäuren bilden unter den oben beschriebenen Bedingungen keine benzol- oder chloroformlöslichen Derivate. So können geringe Mengen Amin aus einem Gemisch mit Aminosäuren isoliert werden.

Zur Abtrennung des überschüssigen Reagenzes wird die Reaktionslösung bzw. die Benzolphase bei der Darstellung aus wäßriger Lösung unmittelbar über Aluminiumoxid filtriert. Das Säuleneluat wird eingedampft und die Derivate aus Benzol, Hexan, Heptan, Chloroform oder Gemischen dieser Lösungsmittel umkristallisiert.

Die Umsetzung eines zweiten H-Atoms am Aminstickstoff primärer Amine unter Bildung von Bis-Derivaten wurde unter den angegebenen Bedingungen nicht beobachtet. Auch beim Ammoniak konnte durch Elution mit Aceton bisher nur das Monoderivat isoliert werden.

#### BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Die Mikroanalysen wurden von der Firma Dr. Ing. A. SCHOELLER, Kronach/Oberfranken durchgeführt. Alle Schmp. wurden auf dem KOFLER-Heizmikroskop bestimmt und sind unkorrigiert.

##### *Darstellung der 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide*

1. *Aus den freien Aminen in Chloroform:* 0.5 mMol primäres oder sekundäres Amin werden in etwa 2 ccm Chloroform gelöst, mit 0.725 mMol NABS-Chlorid in ca. 5 ccm Chloroform versetzt und nach Zugabe von 2.0 mMol NaHCO<sub>3</sub> 1 Stde. unter Rückfluß gekocht.

2. *Aus den Aminen wäßr. Lösung:* 0.5 mMol Amin in wäßr. Lösung werden mit 0.725 mMol NABS-Chlorid in 7 ccm Benzol versetzt und unter Zusatz von 2.0 mMol NaHCO<sub>3</sub> etwa 1 Stde. unter Rückfluß gekocht. Das NABSA findet sich nach der Umsetzung in der Benzolphase, die im Scheidetrichter abgetrennt wird. Die durch ein benzolfeuchtes Filter filtrierte organische Phase wird unmittelbar für die Säulenchromatographie benutzt.

Bei wäßr. Aminhydrochloridlösung wird im Prinzip ebenso verfahren, die Menge NaHCO<sub>3</sub> jedoch auf 4 mMol erhöht (Anmerkung 1).

*Säulenchromatographie:* Trocknung der Lösung und Abtrennung des Reagenzüberschusses geschieht durch Chromatographie über 10 g Aluminiumoxid nach BROCKMANN. Dazu wird die abgekühlte Reaktionslösung (Chloroform oder Benzol, Anmerkung 2) direkt über die Aluminiumoxidsäule gegeben und in jedem Falle mit Chloroform eluiert. Das überschüss. Reagenz bleibt dabei am Aluminiumoxid absorbiert (Anmerkung 3).

Das Eluat wird i. Wasserstrahlvak. bei 60° Badtemperatur eingedampft. Die 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide wurden für die Elementaranalyse und die Schmp.-Bestimmung 3 mal aus Hexan, Benzol, Chloroform oder einem Gemisch der Lösungsmittel umkristallisiert

(s. Tab. 4). Für die Analysen wurden die NABSA in der Trockenpistole bei 56° i. Vak. bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

*Anm. 1.* Chloroform löst die NABSA — insbesondere von primären Aminen — besser als Benzol und wird daher, wo mit reinen organischen Lösungsmitteln gearbeitet wird, vorgezogen. Bei wäßr. Aminlösungen ist Benzol als organische Phase, geeigneter weil die aus der wäßr. Lösung flüchtigen Amine in der oberen Phase abgefangen werden. Feste Aminhydrochloride werden in Wasser gelöst.

*Anm. 2.* Sollte beim Abkühlen das NABS-Amid ausfallen, wird es durch Zugabe von Chloroform vollständig gelöst.

*Anm. 3.* Das 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-chlorid ist von der Säule auch mit Aceton nicht eluierbar.

*Anm. 4.* Die NABSA empfindlicher Amine werden durch Umsetzung bei Raumtemperatur (15–20 Stdn.) dargestellt.

#### *Quantitative Bestimmung eines Amingemisches als NABSA*

*Testsubstanzen:* Methylamin-hydrochlorid (Schuchardt, reinst), Äthylamin-hydrochlorid (Schuchardt, reinst), Isoamylamin (Fluka, purissimum), Dimethylamin-hydrochlorid (Merck, rein), Methyläthylamin-hydrochlorid (Eastman), Diäthylamin (Schuchardt, p. a.).

25 mMol der Testsubstanzen wurden eingewogen und auf 250 ccm aufgefüllt. Von jeweils 10 ccm dieser Lösungen wurde eine Gehaltsbestimmung durch alkalische Wasserdampfdestillation bei pH 9.3 und anschließende acidimetrische Titration durchgeführt. Die so ermittelten Einwaagen wurden für die Berechnung zugrundegelegt. Parallel liefen Bestimmungen der sechs Amine nach der unten für das Gemisch angegebenen NABSA-Methode (s. Tab. 2).

Von den sechs Aminen wurde ein Gemisch von je 10 ccm = ca. 1 mMol der oben erwähnten Lösungen hergestellt.

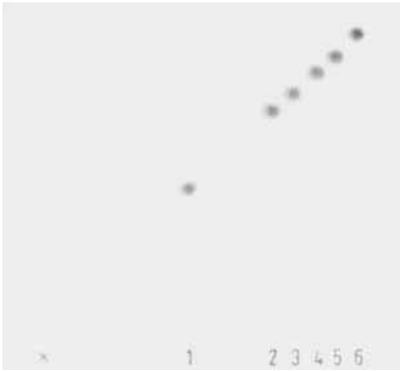
1. *Quantitative Umsetzung des Amingemisches aus wäßr. Lösung:* Das äquimolare Gemisch der Amine (6 mMol) wird mit einer Lösung von 2.6 g 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-chlorid (9 mMol) in 45 ccm Benzol und 10 ccm Chloroform überschichtet, sodann werden 4.2 g festes Natriumhydrogencarbonat (50 mMol) hinzugefügt. Das zweiphasige Gemisch wird unter mehrmaligem Umschütteln 1 Stde. unter Rückfluß gekocht, nach dem Erkalten in einen Scheidetrichter übergeführt und mit Chloroform versetzt. Die nun unten befindliche organische Phase wird abgetrennt und die wäßr. Phase 3 mal mit je 20 ccm Chloroform nachgewaschen. Die vereinigten Chloroform/Benzolphasen werden zur Entfernung von Wassertropfen durch ein chloroformfeuchtes Filter gegeben und anschließend — wie bereits oben beschrieben — zur Abtrennung des Reagenzüberschusses über eine Säule mit 30 g Aluminiumoxid nach BROCKMANN filtriert und mit Chloroform quantitativ eluiert. Das Gemisch der 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide wird vorsichtig i. Vak. fast bis zur Trockne eingengt, quantitativ in einen 100-ccm-Meßkolben übergeführt und mit Chloroform aufgefüllt.

Die wäßr. Phase wurde zusätzlich durch Wasserdampfdestillation und Titrimetrie auf Amine geprüft. Amine waren nicht nachweisbar.

2. *Dünnschichtchromatographische Trennung des NABSA-Gemisches:* Die Auftrennung des Gemisches der 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide geschieht durch multiple zweidimensionale Plattenchromatographie auf Kieselgel G nach STAHL mit Chloroform als Laufmittel. Die besten Ergebnisse wurden mit einer Schichtdicke von über 250 m $\mu$  erhalten.

Mit Hilfe einer 10- $\mu$ l-HAMILTON-Spritze werden 4  $\mu$ l der oben erwähnten Chloroformlösung des Amidgemisches an einer Ecke der Platte quantitativ aufgegeben. Die Platte wird abwechselnd in beiden Richtungen bis zum Erreichen einer guten Fleckenauftrennung in der Diago-

nalen mehrfach entwickelt. Im allgemeinen reichen 5–7 Läufe dafür aus (s. Abbild. 1). Abbild. 2 zeigt das gleiche Gemisch zusammen mit den einzelnen Testsubstanzen in linearer Entwicklung.



Abbild. 1



Abbild. 2

Abbild. 1. Dünnschichtchromatographische zweidimensionale Auftrennung des Testgemisches der NABSA von 6 Aminen: \* = Start, 1 = Methylamin, 2 = Äthylamin, 3 = Dimethylamin, 4 = Methyläthylamin, 5 = Diäthylamin, 6 = Isoamylamin

Abbild. 2. Dünnschichtchromatographische eindimensionale Auftrennung des Testgemisches der NABSA von 6 Aminen (zum Vergleich sind die einzelnen Testsubstanzen aufgetragen): 1 = Gemisch der sechs Amine, 2 = Methylamin, 3 = Äthylamin, 4 = Isoamylamin, 5 = Dimethylamin, 6 = Methyläthylamin, 7 = Diäthylamin, 8 = Gemisch der sechs Amine

Die einzelnen Flecke werden abgekratzt, auf einen mit Watte und Aluminiumoxid abgedichteten Mikrotrichter aufgebracht und zur Sicherheit nochmals mit etwas  $\text{Al}_2\text{O}_3$  beschichtet. Die 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide werden dann unmittelbar mit Äthanol quantitativ in einen 6-ccm-Meßkolben eluiert und direkt in einer 2-cm-Küvette bei 336–337  $\text{m}\mu$  vermessen. Als Blindwert dient ein unter gleichen Umständen gewonnenes Eluat des Plattenbelages. Bei der Berechnung wurde der Wert 29 700 als molare Extinktion zugrundegelegt.

Noch Mengen unter 1  $\mu\text{g}$  NABSA — entsprechend 0.2–0.4  $\mu\text{g}$  Amin — lassen sich als Fleck unter der UV-Lampe ohne weiteres erkennen und nach Elution vermessen. In Tab. 3 sind die wiedergefundenen Mengen der eingesetzten Amine zusammengestellt.

Ein Vergleich der nach der NABSA-Methode wiedergefundenen Amine aus den Einzelsubstanzen (s. Tab. 2) und dem Gemisch (s. Tab. 3) zeigt, daß die dünn-schichtchromatographische Trennung gut ist und keine Verluste bei der multiplen Entwicklung auftreten. Eine Reproduzierbarkeit von  $\pm 5\%$  ist erreichbar.

Tab. 2. Einzelbestimmung einiger Amine als NABSA und (zum Vergleich) acidimetrisch

Amin	Einwaage in mg		Differenz in %
	acidimetrisch bestimmt	als NABSA bestimmt	
Methylamin	30.1	29.4	–2.4
Äthylamin	44.2	43.5	–1.5
Isoamylamin	86.2	84.9	–1.5
Dimethylamin	44.2	41.2	–6.8
Methyläthylamin	48.8	47.7	–2.2
Diäthylamin	72.4	65.7	–9.0

Tab. 3. Bestimmung der Amine aus einem Testgemisch nach der NABSA-Methode und Vergleich mit den acidimetrisch ermittelten Einwaagen

	Extinktions- werte der Fleckeneluat	wiederge- fundenes Amin in mg	Einwaage Amin in mg acidimetr.	wiederge- fundenes Amin in %
Methylamin	0.371	29.1	30.1	96.7
Äthylamin	0.380	43.3	44.2	98.0
Isoamylamin	0.385	84.6	86.2	98.3
Dimethylamin	0.360	41.0	44.2	92.8
Methyläthylamin	0.315	47.1	48.8	96.5
Diäthylamin	0.353	65.2	72.4	90.2

Tab. 4. Analysendaten der dargestellten 4'-Nitro-azobenzol-carbonsäure-(4)-amide

NABSA von	Summenformel (Mol.-Gew.)	C	H	N	umkristallisiert aus
Ammoniak Monoderivat	C <sub>13</sub> H <sub>10</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (270.2)	Ber. 57.83	3.73	20.75	Chloroform
		Gef. 57.90	3.80	20.05	
Methylamin	C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (284.2)	Ber. 59.20	4.26	19.73	Benzol
		Gef. 59.28	3.98	19.36	
Äthylamin	C <sub>15</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (298.3)	Ber. 60.45	4.74	18.80	Benzol
		Gef. 60.65	4.83	19.07	
n-Propylamin	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (312.3)	Ber. 61.59	5.17	17.96	Benzol
		Gef. 61.12	5.42	17.84	
n-Butylamin	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (326.3)	Ber. 62.63	5.57	17.19	Benzol
		Gef. 62.84	5.63	16.95	
n-Amylamin	C <sub>18</sub> H <sub>20</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (340.4)	Ber. 63.58	5.93	16.48	Benzol
		Gef. 63.61	6.22	15.95	
n-Hexylamin	C <sub>19</sub> H <sub>22</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (354.4)	Ber. 64.46	6.26	15.83	Benzol
		Gef. 64.43	6.10	15.43	
n-Heptylamin	C <sub>20</sub> H <sub>24</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (368.4)	Ber. 65.27	6.57	15.23	Benzol
		Gef. 65.39	6.51	14.49	
n-Octylamin	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (382.4)	Ber. 66.02	6.86	14.67	Benzol
		Gef. 66.00	6.89	14.97	
Isopropylamin	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (312.3)	Ber. 61.12	5.17	17.96	Benzol/Hexan (1:1)
		Gef. 61.91	5.15	17.50	
sek.-Butylamin	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (326.4)	Ber. 62.63	5.57	17.19	Benzol/Hexan (1:1)
		Gef. 62.74	5.59	17.08	
tert.-Butylamin	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (326.4)	Ber. 62.63	5.57	17.19	Benzol/Hexan (1:1)
		Gef. 63.51	5.63	17.04	
Isoamylamin	C <sub>18</sub> H <sub>20</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (340.4)	Ber. 63.58	5.93	16.48	Benzol/Hexan (1:1)
		Gef. 63.61	6.23	16.35	
2-Äthyl-hexylamin	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (382.4)	Ber. 66.02	6.86	14.67	Benzol/Hexan (1:1)
		Gef. 65.80	6.82	14.50	
Dimethylamin	C <sub>15</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (298.3)	Ber. 60.45	4.74	18.80	Benzol/Hexan (1:1)
		Gef. 60.03	4.66	18.00	
Diäthylamin	C <sub>17</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (326.3)	Ber. 62.63	5.57	17.19	Benzol/Hexan (1:3)
		Gef. 62.84	5.51	17.34	
Di-n-propylamin	C <sub>19</sub> H <sub>22</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (354.3)	Ber. 64.46	6.26	15.83	Benzol/Hexan (1:1)
		Gef. 64.41	6.14	15.86	
Di-n-butylamin	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub> (382.4)	Ber. 66.02	6.86	14.67	Hexan
		Gef. 66.50	6.87	14.63	

NABSA von	Summenformel (Mol.-Gew.)	C	H	N	umkristallisiert aus
Di-n-amylamin	$C_{23}H_{30}N_4O_3$ (410.4)	Ber. 67.37 Gef. 67.77	7.38 7.60	13.67 13.91	Hexan
Di-n-hexylamin	$C_{25}H_{34}N_4O_3$ (438.6)	Ber. 68.55 Gef. 68.69	7.82 7.39	12.79 12.91	Heptan
Diallylamin	$C_{19}H_{18}N_4O_3$ (350.3)	Ber. 65.20 Gef. 64.99	5.18 5.08	16.01 15.36	Hexan
Methyläthylamin	$C_{16}H_{16}N_4O_3$ (312.3)	Ber. 61.59 Gef. 61.68	5.17 4.97	17.96 17.60	Hexan
Methylbutylamin	$C_{18}H_{20}N_4O_3$ (340.4)	Ber. 63.58 Gef. 63.97	5.93 5.87	16.48 16.30	Hexan
Diisopropylamin	$C_{19}H_{22}N_4O_3$ (354.3)	Ber. 64.46 Gef. 64.74	6.26 6.11	15.83 —	Benzol/Hexan (1:1)
Diisobutylamin	$C_{21}H_{26}N_4O_3$ (382.4)	Ber. 66.02 Gef. 64.45	6.86 6.99	14.67 14.89	Hexan
Dicyclopentylamin	$C_{23}H_{26}N_4O_3$ (406.4)	Ber. 68.04 Gef. 68.08	6.46 6.31	13.80 13.69	Benzol/Hexan (1:1)
Dicyclohexylamin	$C_{25}H_{30}N_4O_3$ (434.5)	Ber. 69.18 Gef. 69.00	6.97 6.92	12.94 13.10	Benzol/Hexan (1:1)
Anilin	$C_{19}H_{14}N_4O_3$ (346.3)	Ber. 65.95 Gef. 66.01	4.08 3.92	16.19 16.26	Benzol
<i>m</i> -Toluidin	$C_{20}H_{16}N_4O_3$ (360.3)	Ber. 66.72 Gef. 67.51	4.48 4.25	15.56 15.65	Benzol
<i>p</i> -Toluidin	$C_{20}H_{16}N_4O_3$ (360.3)	Ber. 66.72 Gef. 66.95	4.48 4.49	15.56 15.84	Benzol
3,4-Dimethyl-anilin	$C_{21}H_{18}N_4O_3$ (374.3)	Ber. 67.44 Gef. 67.38	4.85 4.57	14.98 13.59	Benzol
$\beta$ -Naphthylamin	$C_{23}H_{18}N_4O_3$ (398.3)	Ber. 69.40 Gef. 69.99	4.56 4.26	14.08 14.39	Benzol/Chloroform (9:1)
Benzylamin	$C_{20}H_{16}N_4O_3$ (360.3)	Ber. 66.72 Gef. 66.70	5.60 4.74	15.56 15.65	Benzol
Methylbenzylamin	$C_{21}H_{18}N_4O_3$ (374.3)	Ber. 67.44 Gef. 67.79	4.85 4.84	14.98 11.28	Benzol/Hexan (1:1)
<i>N</i> -Benzylanilin	$C_{26}H_{20}N_4O_3$ (436.5)	Ber. 71.62 Gef. 71.58	4.62 4.47	12.85 13.28	Hexan
Dibenzylamin	$C_{27}H_{22}N_4O_3$ (450.5)	Ber. 72.06 Gef. 72.13	4.93 5.00	12.45 12.55	Benzol/Hexan (1:1)
Pyrrolidin	$C_{17}H_{16}N_4O_3$ (324.3)	Ber. 63.02 Gef. 62.60	4.98 5.15	17.29 17.05	Benzol/Hexan (1:1)
Piperidin	$C_{18}H_{18}N_4O_3$ (338.3)	Ber. 63.96 Gef. 63.86	5.37 5.52	16.58 16.79	Benzol
Morpholin	$C_{23}H_{21}N_5O_3$ (336.3)	Ber. 60.76 Gef. 60.11	3.60 4.72	16.68 16.59	Benzol
Anabasin	$C_{23}H_{21}N_5O_3$ (415.4)	Ber. 66.56 Gef. 66.72	5.10 4.93	16.88 16.86	Benzol
Nornicotin	$C_{22}H_{19}N_5O_3$ (401.4)	Ber. 65.89 Gef. 65.71	4.78 4.92	17.47 17.35	Benzol/Chloroform (9:1)
Metanicotin	$C_{23}H_{21}N_5O_3$ (415.5)	Ber. 66.56 Gef. 66.97	5.10 5.14	17.29 16.89	Benzol/Hexan (3:2)
Myosmin	$C_{22}H_{17}N_5O_3$ (399.4)	Ber. 66.22 Gef. 66.26	4.29 4.59	17.55 17.28	Benzol/Hexan (3:2)