

Mitteilung aus dem Chemischen Institut der Universität Bonn

Kupferkomplexsalze mit N-alkylierten Äthylendiaminen

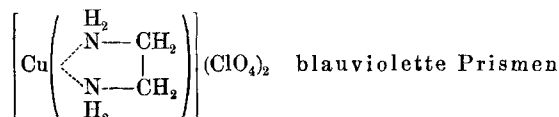
Von Paul Pfeiffer und Heinr. Glaser

(Eingegangen am 23. Juli 1938)

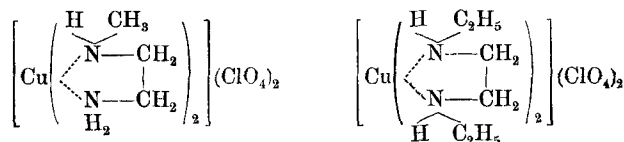
Während die äthylendiaminhaltigen Komplexsalze ausgezeichnet untersucht sind, liegen kaum Versuche über die Fähigkeit N-alkylierter Äthylendiamine zur Komplexsalzbildung vor. Und doch sind gerade derartige Komplexsalze in stereochemischer Beziehung von besonderem Interesse.

In der vorliegenden Arbeit sollen zunächst einige Kupferkomplexsalze mit alkylierten Äthylendiaminen beschrieben werden. Sie wurden stets als Perchlorate isoliert, die gut kristallisieren und den weiteren Vorteil bieten, wasserfrei zu sein. Sie zeigen zum Teil eine anomale Zusammensetzung.

Dem äthylendiaminhaltigen Komplexsalz:



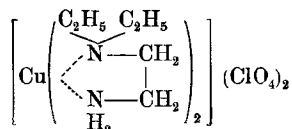
schließen sich in Farbe und sonstigen Eigenschaften ganz die beiden Verbindungen:



blauviolette Krystalle

an. Sie leiten sich vom N-Methyl- bzw. N,N'-Diäthyl-äthylendiamin ab.

Ein besonderes Verhalten zeigt das im übrigen entsprechend zusammengesetzte Komplexsalz des asymmetrischen Diäthyl-äthylendiamins:



Seine Krystalle sind bei gewöhnlicher Temperatur nicht blauviolett, sondern rubinrot gefärbt und geben beim Verreiben ein rotes Krystallpulver; sie lösen sich aber, wie alle Salze der Reihe, mit blauvioletter Farbe in Wasser. Erwärmt man das rote Krystallpulver über 43—45°, so färbt es sich violett, nimmt aber unterhalb dieser Temperatur wieder die ursprüngliche rote Farbe an. Das Salz ist also ausgesprochen thermochrom und besitzt bei rund 44° einen Umwandlungspunkt. Oberhalb des Umwandlungspunktes entspricht es in seiner Farbe den sonstigen Tetraminkupfersalzen, unterhalb dieser Temperatur ist es anomal gefärbt.

Eine unerwartete Zusammensetzung zeigen die Kupferkomplexsalze des N-Methyl-N'-diäthyl-äthylendiamins und des N-Triäthyl-äthylendiamins.

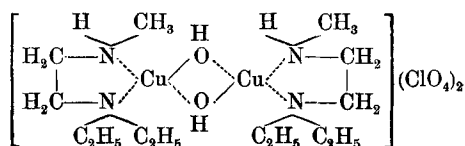
Läßt man diese Amine in wäßriger Lösung auf Kupferperchlorat oder auf ein Gemisch von Kupferacetat und Natriumperchlorat einwirken, so entstehen gut krystallisierte, blau bis blauviolette Komplexsalze, die nicht wie sonst auf ein Atom Kupfer zwei ClO₄-Reste enthalten, vielmehr nach der Formel:

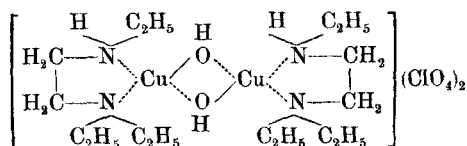


zusammengesetzt sind, also zur basischen Reihe gehören.

Legt man der Formulierung dieser Salze die Erfahrungen zugrunde, die bei entsprechenden Kobaltiazen gemacht worden sind, so müssen wir auch sie bimolekular schreiben und als Diolsalze

mit der Zentralgruppe: $\text{Cu} \begin{array}{c} \text{OH} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{O} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{OH} \end{array} \text{Cu}$ auffassen, gemäß den Formeln:





Nach dieser Schreibweise besitzt Kupfer auch in den basischen Komplexsalzen die normale Koordinationszahl 4.

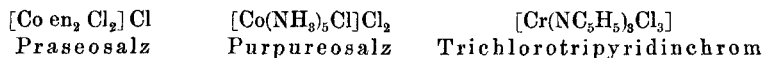
Die Ursache für das Auftreten basischer Komplexsalze bei den trialkylierten Äthylendiaminen ist vielleicht darin zu suchen, daß durch die Anhäufung von Alkylgruppen die Entstehung normaler Komplexsalze, die ja pro Kupferatom 6 Alkylreste enthalten würden, sterisch erschwert ist.

Das triäthyläthylendiamin-haltige Komplexsalz zeigt wiederum die Erscheinung der Thermochromie. Das an sich blauviolett gefärbte Krystallpulver des Salzes färbt sich in flüssiger Luft schön rot, um dann beim Erwärmen wieder die ursprüngliche blauviolette Farbe anzunehmen. Der Umkehrpunkt liegt in diesem Falle bei -100 bis -120° .

Alle Versuche, Komplexsalze mit dem phenylierten Diamin $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NHC}_6\text{H}_5$ darzustellen, schlugen fehl.

Weitere Versuche gingen nun dahin, Komplexsalze N-substituierter Äthylendiamine mit Cobalt und Chrom zu erhalten.

Zu diesem Zweck ließen wir die Diamine bei Wasserbadtemperatur auf die Komplexsalze:



einwirken, da diese Verbindungen beim Behandeln mit Äthylendiamin glatt in die orangefarbenen Luteosalze: $[\text{Co en}_3] \text{Cl}_3$ bzw. $[\text{Cr en}_3] \text{Cl}_3$ übergehen.

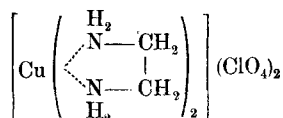
Wir konnten aber unser Ziel nicht erreichen. Mit Chloropentammin-kobalti-chlorid und mit Trichloro-tripyridin-chrom wurden überhaupt keine faßbaren Produkte erhalten. Beim Praseochlorid trat eine Art Disproportionierung ein. So wurde das symmetrische Diäthyl-äthylendiamin überhaupt nicht in den Komplex eingebaut; vielmehr entstand in guter Ausbeute das bekannte Tri-äthylendiaminkobaltsalz.

Aus alledem geht hervor, daß die Tendenz der N-alkylierten Äthylendiamine zur Komplexsalzbildung hinter der des Äthylendiamins selbst stark zurücksteht.

Versuchsteil ¹⁾

A. Kupferkomplexsalze

1. Di-äthylendiamin-kupfer-perchlorat,

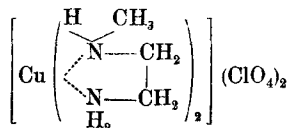


Man gibt zu einer Lösung von 2,5 g Kupfersulfat in 16 ccm Wasser 4 g Äthylendiamin-monohydrat. Es entsteht eine tief blauviolette Lösung, die nach dem Filtrieren mit einer Lösung von 2,8 g reinem Natriumperchlorat in 1,4 ccm Wasser versetzt wird. Beim Eindunsten der Lösung i. V. über konz. Schwefelsäure scheiden sich blauviolette, derbe Prismen aus, die abfiltriert, gut mit verd. Methylalkohol gewaschen und an der Luft getrocknet werden. Zur Analyse krystallisiert man das Rohprodukt aus Methylalkohol bei gewöhnlicher Temperatur um. Das Salz ist verhältnismäßig leicht löslich in Wasser, Methyl- und Äthylalkohol; die Lösungsgeschwindigkeit ist relativ gering. Beim Erhitzen explodiert das Salz mit großer Heftigkeit.

8,3024 mg Subst.: 1,7374 mg CuO. — 7,848 mg Subst.: 0,990 ccm N (22°, 760 mm).

C₄H₁₆O₈N₄CuCl₂ Ber. Cu 16,61 N 14,64 Gef. Cu 16,72 N 14,61

2. Di-(N-methyl-äthylendiamin)-kupfer-perchlorat,



Das N-Methyl-äthylendiamin wurde nach der Vorschrift von T. B. Johnson und G. C. Bailey ²⁾ dargestellt. Ausgangsprodukt war das von S. Gabriel ³⁾ beschriebene Bromäthyl-

¹⁾ Von der I. G. Farbenindustrie A.-G., Werk Elberfeld, wurden uns in liebenswürdigerweise die vier Amine: H₂N · CH₂ · CH₂ · N(C₂H₅)₂, CH₃ · NH · CH₂ · CH₂ · N(C₂H₅)₂, C₂H₅NH · CH₂ · CH₂ · N(C₂H₅)₂ und C₆H₅ · NH · CH₂ · CH₂ · N(C₂H₅)₂ zur Verfügung gestellt, wofür auch an dieser Stelle bestens gedankt sei.

²⁾ J. Amer. chem. Soc. 38, II, 2135 (1916).

³⁾ Ber. deutsch. chem. Ges. 22, 1137 (1889).

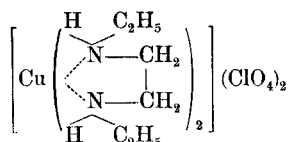
phthalimid (flache Nadeln vom Schmp. 82°); es wurde mit Benzolsulfamid-kalium zum N-(β-Benzolsulfamino-äthyl)-phthalimid umgesetzt (fast farblose Prismen vom Schmp. 175°). Diese Verbindung wurde mit Methyljodid in das N-(β-Benzolsulfonylmethylamino-äthyl)-phthalimid übergeführt; dann wurde das Methylierungsprodukt vom Schmp. 177—178° mit konz. Salzsäure verseift. Es entstand so das salzsaure Salz des N-Methyläthylendiamins, welches bei der Destillation mit einem Gemisch von gleichen Teilen Kali und Natronkalk das gesuchte freie Amin gab. Das Amin bildete eine wasserklare, farblose Flüssigkeit von eigenartigem Geruch, die an der Luft rauchte und begierig Kohlendioxyd aufnahm.

Zur Darstellung des Komplexsalzes wird zu einer filtrierten Lösung von 0,3 g Kupferperchlorat in 3 g Methylalkohol 1 g Amin gegeben. Es entsteht eine violettstichig blaue Lösung, die i. V. über konz. Schwefelsäure langsam eingedunstet wird. Es scheiden sich dann allmählich blauviolette, derbe Krystalle aus, die abfiltriert, mit Methylalkohol gewaschen und an der Luft getrocknet werden. Das Salz ist leicht löslich in Wasser, Methylalkohol und Äthylalkohol. Beim Erhitzen erfolgt starke Explosion.

9,193 mg Subst.: 1,780 mg CuO. — 7,308 mg Subst.: 0,862 ccm N (19°, 747 mm).

C₈H₂₀O₈N₄CuCl₂ Ber. Cu 15,48 N 13,64 Gef. Cu 15,47 N 13,55

3. Di-(sym. N-diäthyl-äthylendiamin)-kupfer-perchlorat,



Zur Darstellung des Amins wurde zunächst nach der Vorschrift des DRP. 70055¹⁾ N,N'-Di-benzolsulfonyl-äthylendiamin synthetisiert. Es bildet farblose Nadelchen vom Schmp. 168°. Dann wurde der Sulfonylkörper mit Diäthylsulfat in alkalischer Lösung äthyliert und das Äthylderivat, welches bei 152° schmolz, mit Salzsäure im Bombenrohr verseift. Das erhaltene Hydro-

¹⁾ Friedländer, III, 591.

chlorid desamins wurde durch Erhitzen mit einem Gemisch von fein gepulvertem Natronkalk und fein gepulvertem Ätzkali (gleiche Teile) in das freie Amin übergeführt. Die Ausbeute an Amin war ausgezeichnet.

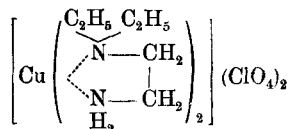
Zur Darstellung des Komplexsalzes gibt man zu einer filtrierten Lösung von 0,26 g Kupferperchlorat in 3 g Methylalkohol 0,3 g desamins. Beim Verdunsten der intensiv rotviolettten Lösung i. V. über konz. Schwefelsäure scheiden sich blauviolette Krystalle aus, die abgesaugt, gut mit Methylalkohol gewaschen und an der Luft getrocknet werden. Das Salz ist in Wasser, Methylalkohol und Äthylalkohol leicht löslich, besitzt aber nur geringe Lösungsgeschwindigkeit. Beim Erhitzen explodiert es heftig.

Analysiert wurde die lufttrockene Substanz.

8,697 mg Subst.: 1,408 mg CuO. — 8,811 mg Subst.: 0,876 ccm N (20°, 757,5 mm).

C₁₂H₃₂O₈N₄CuCl₂ Ber. Cu 12,85 N 11,33 Gef. Cu 12,93 N 11,55

4. Di-(unsym. diäthyl-äthylendiamin)-kupfer-perchlorat,



Man löst 0,26 g Kupferperchlorat in etwa 5 g Methylalkohol, filtriert und gibt 0,3 g unsymmetrisches Diäthyl-äthylendiamin hinzu. Es entsteht eine blauviolette Lösung, die beim Eindunsten i. V. über konz. Schwefelsäure rubinrote Krystalle gibt, die abfiltriert, mit Methylalkohol gewaschen und an der Luft getrocknet werden.

Man kann zur Darstellung dieses Komplexsalzes auch vom Kupferacetat ausgehen. Man versetzt eine konz. wäßrige Lösung dieses Salzes mit dem Diamin und gibt eine konz. wäßrige Lösung von Natriumperchlorat hinzu. Es scheidet sich ein rosaroter Krystallbrei aus, der abgesaugt und an der Luft getrocknet wird.

Das Salz ist leicht löslich in Wasser, Methyl- und Äthylalkohol, besitzt aber nur geringe Lösungsgeschwindigkeit. Die Lösungen haben alle eine blauviolette Farbe; beim Eindampfen

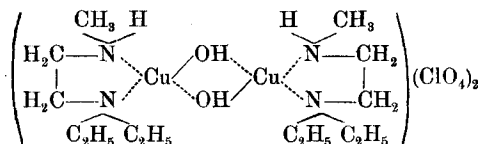
geben sie wieder die roten Krystalle. Erwärmt man das rote Krystallpulver auf 43—45°, so tritt Violettfärbung ein; beim Abkühlen wird die rote Farbe zurückgebildet. Das Spiel kann beliebig oft wiederholt werden. Die kompakten, rubinroten Krystalle werden bei der Temperatur von 45° fast schwarz.

Analysiert wurde das lufttrockene Salz.

8,704 mg Subst.: 1,384 mg CuO. — 10,812 mg Subst.: 1,050 ccm N (25°, 758,5 mm).

$C_{12}H_{32}O_8N_4CuCl_2$	Ber. Cu 12,85	N 11,33
	Gef. „ 12,70	„ 11,10

5. Di-(N-methyl-N'-diäthyl-äthylendiamin)-dioldikupfer-perchlorat



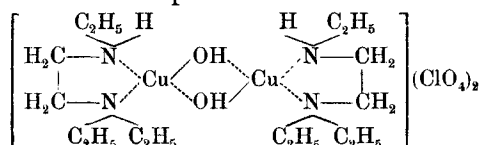
Man gibt zu einer Lösung von 0,4 g Kupferacetat in 5 ccm Wasser 0,8 g Amin, filtriert und versetzt das Filtrat mit 1,2 g festem Natriumperchlorat. Dabei scheidet sich zunächst ein tief dunkelblau gefärbtes Öl ab, das erst allmählich krystallinisch erstarrt. Das Rohprodukt wird aus wenig Methylalkohol oder wenig Wasser umkrystallisiert. Das umkrystallisierte Salz bildet dunkelblaue Krystalle.

In besonders reiner Form erhält man das Salz, wenn man eine Lösung von 0,5 g Kupferperchlorat und 0,5 g Amin in 100 ccm Methylalkohol i. V. langsam eindunsten läßt. Es scheidet sich so das Komplexsalz in derben, meist zusammenhängenden Krystallen aus, die mit Methylalkohol gewaschen und an der Luft getrocknet werden. Das Salz sieht fast schwarz aus und gibt auf Ton einen blaugrauen Strich. Analysiert wurde das lufttrockene Salz; es ist wasserfrei.

0,0594 g Subst.: 0,0120 g Cu (elektrolytisch bestimmt). — 9,4356 mg Subst.: 2,363 mg CuO. — 13,813, 6,984 mg Subst.: 1,057 (21,5°, 761 mm), 0,552 (24°, 757 mm) ccm N. — 0,1691 g Subst.: 0,0786 g AgCl.

$C_{14}H_{38}O_{10}N_4Cu_2Cl_2$	Ber. Cu 20,49	N 9,03	Cl 11,43
	Gef. „ 20,20, 20,01	„ 8,88, 9,05	„ 11,50

6. Di-(N-triäthyl-äthylendiamin)-dioldikupferperchlorat



Man gibt zu einer Lösung von 0,5 g Kupferperchlorat in 10 ccm Methylalkohol 0,5 g Triäthyl-äthylendiamin, filtriert und dunstet die tief blaue Lösung im Vakuumexsiccator über konz. Schwefelsäure ein. Man erhält so ein blauviolettes Krystallpulver, das man absaugt, gut mit Methylalkohol wäscht und an der Luft trocknet.

Verwendet man statt Kupferperchlorat Kupferacetat und gibt zur Lösung Natriumperchlorat hinzu, so entsteht zunächst ein tief blaues Öl, das allmählich krystallinisch erstarrt.

Kühlt man das blauviolette Krystallpulver stark ab, so wird die Farbe zunächst etwas heller; in flüssiger Luft ist das Salz schön rot gefärbt. Der Umschlagspunkt liegt bei -100 bis -120° .

Beim Erhitzen i. V. tritt keine Gewichtsabnahme ein. Analysiert wurde die lufttrockne Substanz.

9,534, 9,435 mg Subst.: 2,385, 2,375 mg CuO. — 0,0816 g Subst.: 0,0357 g AgCl. — 19,068, 7,588 mg Subst.: 1,430 (22° , 760,5 mm), 0,556 (24° , 757 mm) ccm N.

$\text{C}_{16}\text{H}_{42}\text{O}_{10}\text{N}_4\text{Cu}_2\text{Cl}_2$	Ber. Cu 20,53	Cl 10,94	N 8,64
	Gef. „ 19,98, 20,11	„ 10,82	„ 8,70, 8,40

7. Versuche zur Darstellung eines Komplexsalzes mit N-Phenyl-N'-diäthyl-äthylendiamin

Alle Versuche, auch mit diesem Diamin ein Kupferkomplexsalz zu erhalten, schlugen fehl. Es entstehen grüne Niederschläge, die bald braun werden und schließlich einen harzartigen Charakter annehmen. Sie wurden nicht näher untersucht.

B. Verhalten komplexer Kobalt- und Chromsalze gegen N-substituierte Äthylendiamine

1. Versuche mit trans-Dichloro-di-äthylendiaminkobaltchlorid (Praseochlorid)

Die Versuche wurden stets so durchgeführt, daß eine Lösung des Praseosalzes $[\text{Co en}_2 \text{Cl}_2] \text{Cl}$ in wenig Wasser mit dem

betreffenden Diamin versetzt wurde. Dann wurde das Reaktionsgemisch so lange auf dem Wasserbad erwärmt, bis sich die Farbe des Gemisches nicht mehr änderte.

Äthylendiamin, der Grundkörper unserer Amine, gab auf diese Weise glatt reines Luteosalz der Formel $[\text{Co en}_3]\text{Cl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Die gleiche Verbindung entstand auch, als N,N'-Diäthyl-äthylendiamin angewandt wurde.

Eine Lösung von 1 g Praseosalz in 5 ccm Wasser wurde mit 1 g symmetrischem Diäthyl-äthylendiamin versetzt, wobei sofort Rotfärbung auftrat. Dann wurde das Reaktionsgemisch etwa 4 Stunden lang auf dem Wasserbad erwärmt; die Lösung färbte sich allmählich orangefarben und es bildete sich allmählich ein geringer, violetter Niederschlag, der wahrscheinlich aus basischem Kobaltsalz bestand. Er wurde abfiltriert und das Filtrat im Vakuumexsiccator über konz. Schwefelsäure etwas eingedampft. Dann wurde erwärmt und die warme Lösung bis zur eben beginnenden Trübung mit Alkohol versetzt. Über Nacht schieden sich orangegelbe Nadeln aus, die abgesaugt, mit 70%-igem Alkohol gut gewaschen und an der Luft getrocknet wurden (Fraktion I). Die Mutterlauge gab, nachdem sie etwas eingedampft und wieder mit Alkohol bis zur beginnenden Trübung versetzt worden war, eine erneute Krystallisation orangegelber Nadeln (Fraktion II). Aus der nunmehrigen Mutterlauge wurden noch weitere Fraktionen III und IV (orangegelbe Nadeln) erhalten. Schließlich hinterblieb ein rot gefärbter Syrup, der nicht zur Krystallisation zu bringen war.

Wie aus den nachstehenden Analysen der Hauptfraktionen III und IV, die einen besonders reinen Eindruck machten und vor der Analyse nicht umkrystallisiert wurden, hervorgeht, lag in den orangegelben Krystallen das Luteosalz $[\text{Co en}_3]\text{Cl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ vor. Es hatte also eine Disproportionierung stattgefunden.¹⁾

Fraktion III.

44,394 mg lufttr. Subst. gaben beim Erhitzen auf 100° i. V. eine Gewichtsabnahme von 6,048 mg.

5,551 mg wasserfreie Subst.: 2,162 mg CoSO_4 . — 4,319 mg wasserfreie Subst.: 2,900 mg CO_2 , 2,850 mg H_2O . — 7,913 mg wasserfreie Subst.: 1,470 ccm N (20°, 747 mm).

¹⁾ Die Krystalle der Fraktionen I und II waren mit denen der Fraktionen III und IV identisch.

Fraktion IV.

42,837 mg lufttr. Subst. gaben beim Erhitzen auf 100° i. V. eine Gewichtsabnahme von 5,687 mg.

6,056, 6,813 mg wasserfreie Subst.: 2,393, 2,682 mg CoSO_4 . —
4,615 mg wasserfreie Subst.: 3,135 mg CO_2 , 3,04 mg H_2O . — 8,588 mg
wasserfreie Subst.: 1,525 ccm N (17°, 746 mm).

$[\text{Co en}_3]\text{Cl}_3, 3\text{H}_2\text{O}$ Ber. H_2O 15,53 Gef. III: H_2O 13,62 IV: H_2O 13,28¹⁾

Fraktion III.

$[\text{Co en}_3]\text{Cl}_3$	Ber.	Co 14,75	C 18,02	H 7,57	N 21,03
	Gef.	„ 14,81	„ 18,31	„ 7,38	„ 21,27

Fraktion IV.

$[\text{Co en}_3]\text{Cl}_3$	Ber.	Co 14,75	C 18,02	H 7,57	N 21,03
	Gef.	„ 15,03, 14,97	„ 18,53	„ 7,37	„ 20,53

Auf ein Komplexsalz, welches sich vom Praseochlorid durch Einbau von Diäthyl-äthylendiamin ableitet, stimmen die gefundenen Analysenwerte absolut nicht.

2. Versuche mit Chloro-pentammin-kobalti-chlorid (Purpureochlorid)

Reaktion mit Äthylendiamin²⁾

Erhitzt man eine Lösung von 2,5 g Purpureochlorid in 20 ccm Wasser mehrere Stunden auf dem Wasserbad mit 4 g Äthylendiamin-monohydrat, so erhält man eine stark gelborange gefärbte Lösung, aus der beim Versetzen mit Alkohol die gelborange gefärbten Nadeln des Luteochlorids $[\text{Co en}_3]\text{Cl}_3, 3\text{H}_2\text{O}$ ausfallen.

Reaktion mit Mono-methyl-äthylendiamin

Man schlämmt 0,25 g Purpureochlorid in 0,3 g Wasser auf und gibt 0,3 g Amin hinzu. Bei mehrstündigem Erhitzen auf dem Wasserbad tritt Geruch nach Ammoniak auf und es entsteht eine rotbraun bis orange gefärbte Lösung, aus der sich aber weder mit Alkohol noch durch Verreiben mit den verschiedenartigsten Salzen ein Komplexsalz isolieren ließ.

Reaktion mit unsym. Diäthyl-äthylendiamin

Versetzt man eine Aufschlammung von 1,2 g Purpureochlorid in 5 ccm Wasser mit 2,5 g unsym. Diäthyl-äthylendiamin

¹⁾ Die Substanz hatte also beim Liegen an der Luft etwas Wasser verloren.

²⁾ Vgl. hierzu S. M. Jørgensen, J. prakt. Chem. [2] 39, 8 (1889).

und erhitzt längere Zeit auf dem Wasserbad, so macht sich wieder Ammoniakgeruch bemerkbar. Nach $\frac{1}{2}$ Stunde etwa tritt Schwarzfärbung auf. Filtriert man nun den schwarzen Niederschlag ab und dampft das gelbbraune Filtrat i. V. über konz. Schwefelsäure ein, so hinterbleibt eine zähe, braune, hygroskopische Masse, aus der sich nichts Krystallinisches gewinnen läßt.

Auch die übrigen N-substituierten Äthylendiamine geben mit Purpurechlorid keine faßbaren Produkte.

3. Versuche mit Trichloro-tripyridin-chrom

Reaktion mit Äthylendiamin¹⁾

Erhitzt man 0,8 g Trichlorokörper auf dem Wasserbad mit 1 g Äthylendiamin-monohydrat, so entsteht eine schöne rotbraune Lösung, aus der sich beim Erkalten das orange-farbene Luteochromchlorid $[\text{Cr en}_3]\text{Cl}_3$, $n \text{ H}_2\text{O}$ abscheidet.

Reaktion mit unsym. Diäthyl-äthylendiamin

Erwärmt man 0,2 g Trichlorokörper auf dem Wasserbad mit 0,2 g unsym. Diäthyl-äthylendiamin, dem etwa die gleiche Menge Wasser zugesetzt ist, so tritt bald deutlicher Pyridingeruch auf. Es scheidet sich ein amorphes, graugrünes Produkt ab, das wahrscheinlich ein basisches Chromsalz darstellt. Ein definiertes Chromiaksalz konnte nicht gefaßt werden.

Ebensowenig führte ein Versuch mit sym. Diäthyl-äthylendiamin zum Ziel.

Reaktion mit N-Methyl-N'-diäthyl-äthylendiamin

Erwärmt man 0,2 g Trichlorochromkörper mit 0,3 g Amin und etwa der gleichen Menge Wasser einige Zeit auf dem Wasserbad, so tritt Pyridingeruch auf, wobei sich die Lösung schmutziggelblich färbt. Beim Erkalten der Lösung scheiden sich farblose Krystalle aus, deren farbige Mutterlange mit keinem der gebräuchlichen Reagenzien eine brauchbare Fällung gab.

¹⁾ Vgl. hierzu P. Pfeiffer, Z. anorg. Chem. 24, 286 (1900); 29, 113 (1902).