

IX.

Bestimmung der Amidgruppe ($\overset{1}{\text{C}}\text{ONH}_2$).

Die quantitative Bestimmung der Amidgruppe erfolgt durch Verseifen etc. der Substanz, ebenso wie für die Nitrilgruppe¹⁾ angegeben wurde.

Schwer zersetzbare Säureamide werden nach Bouveault²⁾ verseift, wobei man zweckmässig analog vorgeht, wie V. Meyer bei der Darstellung der Triphenylelessigsäure³⁾ verfuhr. Je 0,2 g fein gepulvertes Amid wurden durch gelindes Erwärmen in 1 g konzentrierter Schwefelsäure gelöst. In die in Eiswasser gekühlte Lösung lässt man eine eiskalte Lösung von 0,2 g Natriumnitrit in 1 g Wasser mittelst eines Kapillarhebers ganz langsam einfließen.

Sobald alles Nitrit zugeflossen ist, stellt man das Reagensglas in ein Becherglas mit Wasser und wärmt langsam an. Bei 60—70° beginnt heftige Stickstoffentwicklung, die bei 80 bis 90° beendet ist. Zuletzt wird noch 3—4 Minuten (nicht länger!) im kochenden Wasserbade erhitzt.

Nach dem Abkühlen fügt man Eisstückchen zu und sammelt den dadurch abgeschiedenen gelben Niederschlag auf dem Filter.

Zur Reinigung wird die Säure in verdünnter Natronlauge gerade gelöst und mit Schwefelsäure vorsichtig herausgefällt.

Nach Sudborough³⁾ ist es wichtig, die genau berechnete Menge Nitrit, in möglichst wenig Wasser gelöst, anzuwenden.

Ueber sterische Hinderung der Verseifung von Säureamiden siehe die Literaturangaben in V. Meyer und Jacobson⁴⁾.

¹⁾ s. S. 78.

²⁾ Bull. soc. chim. [3] 9, 370.

³⁾ B. 28, 2783. — Journ. chem. soc. 67, 604.

⁴⁾ II, 545.