

XI.

Bestimmung der Imidgruppe ($\overset{\text{H}}{\text{N}}-\text{H}$).

a) Zur Bestimmung der Imidgruppe wird die Substanz nach einer der folgenden Methoden untersucht:

1. Acylierungsverfahren,
2. Analyse von Salzen,
3. Abspaltung des Ammoniakrestes.

A. Acylierung von Imiden (Sekundären Aminen).

Hierzu können alle S. 5 bis S. 24 angeführten Methoden dienen.

Da speciell die Acetylierung von Imiden in der Regel leicht ausführbar ist, kann man auch eine von Reverdin und De la Harpe¹⁾ angegebene indirekte Methode benutzen.

Man wägt in einem Kölbchen, das mit einem Rückflusskühler verbunden und auf dem Wasserbade erhitzt werden kann, circa 1 g der zu analysirenden Substanz ab und fügt so rasch wie möglich eine bekannte, etwa 2 g betragende Menge Essigsäureanhydrid hinzu.

Am besten hält man das Anhydrid in einem Tropffläschchen vorrätzig, welches vor und nach dem Zugeben des Essigsäureanhydrids gewogen wird.

Man verbindet das Kölbchen mit dem Kühler und überlässt das Gemisch etwa $\frac{1}{2}$ Stunde bei Zimmertemperatur sich

¹⁾ B. 22, 1005.

selbst. (Das Verfahren ist speciell für Monomethylanilin ausgearbeitet, daher bei resistenteren Imiden entsprechend Einwirkungsdauer und Temperatur zu modificiren, eventuell ist die Reaktion im Rohre auszuführen.)

Nach beendigter Reaktion fügt man ungefähr 50 ccm Wasser hinzu und erhitzt dann $\frac{3}{4}$ Stunden auf dem Wasserbade, damit sich der Ueberschuss des Essigsäureanhydrids vollständig zersetze.

Man kühlt ab, bringt die Flüssigkeit auf ein bekanntes Volumen und bestimmt die darin enthaltene Essigsäure mit titrirte Natronlauge.

Als Indikator dient Phenolphthaleïn.

H. Giraud¹⁾ empfiehlt das Essigsäureanhydrid mit dem zehnfachen Volumen Dimethylanilin zu verdünnen und die Digestion in einer trockenen Stöpselflasche unter Umschütteln vorzunehmen.

B. Analyse von Salzen.

Ueber Analyse von Salzen, respektive Doppelsalzen der Imide gilt das S. 88 von der primären Amingruppe Gesagte.

C. Abspaltung des Ammoniakrestes.

Die Zerlegung der Imide gelingt zumeist durch mehrstündiges Kochen mit concentrirter Salzsäure, eventuell Erhitzen im Einschmelzrohre.

Die alkalisch gemachte Flüssigkeit wird dann in üblicher Weise zur Bestimmung des Ammoniaks (respektive äquivalenter Amine) destillirt und der Ueberschuss der vorgeschlagenen titrirten Salzsäure bestimmt.

¹⁾ Bull. soc. chim. (3) II, 142.