

# Notiz zur Bestimmung des Alkyls am Stickstoff

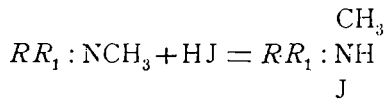
von

Hans Meyer und Karl Steiner.

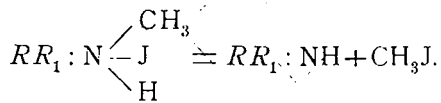
Aus dem chemischen Laboratorium der k. k. Deutschen Universität Prag.

(Vorgelegt in der Sitzung am 4. Dezember 1913.)

Die Methode von J. Herzig und Hans Meyer zur Bestimmung des an den Stickstoff gebundenen Alkyls beruht auf der Zerlegung von nach der Gleichung



entstandenem quaternären Salz durch Hitze:



Wenn nun an Stelle von  $R$  und  $R_1$  sich Wasserstoffe in der Substanz befinden, d. h. wenn die Substanz während der Reaktion Methylamin abspaltet, so ist ein glatter Reaktionsverlauf dadurch in Frage gestellt, daß das Methylaminjodhydrat mit den Dämpfen der Jodwasserstoffsäure merklich flüchtig ist.

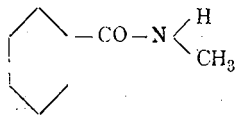
Es wird daher die Umsetzung des Methylaminsalzes zu Jodmethyl und Ammoniumjodid nur unvollkommen erfolgen, und man ist genötigt, den Versuch mehrmals zu wiederholen (die Jodwasserstoffsäure wiederholt in das Doppelkölbchen zurückzubringen und zu erhitzen), wenn man leidlich gute Resultate haben will.

Solche Substanzen, die leicht durch Jodwasserstoffsäure zu Methylamin und Carbonsäure verseift werden, sind uns nun in den Methylimiden der Benzolpolycarbonsäuren begegnet und wir haben gefunden, daß auch das Benzoesäuremethylamid sich gleichartig verhält.

Je saurer der Rest, an dem die Methylamingruppe sich befindet, desto leichter findet die Verseifung statt.

Die nachfolgenden Analysen illustrieren das Gesagte.

### 1. Benzoesäuremethylamid.

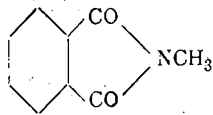


- I. 0·2735 g gaben nach dreimaligem Wiederholen der Erhitzung 0·4024 g Jodsilber;  
 II. 0·2465 g gaben nach dreimaligem Wiederholen der Erhitzung 0·3816 g Jodsilber.

In 100 Teilen:

	Gefunden		Berechnet
	I	II	
CH <sub>3</sub> .....	9·4	9·9	11·1

### 2. Phthalsäuremethylimid.

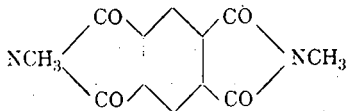


0·2972 g gaben nach viermaligem Erhitzen 0·322 g Jodsilber.

In 100 Teilen:

	Gefunden		Berechnet
	I	II	
CH <sub>3</sub> .....	6·9	9·3	

### 3. Pyromellithsäuremethylimid (Weißes Imid).



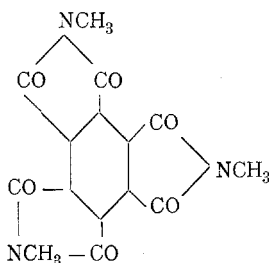
0·1481 g gaben nach dreimaligem Wiederholen der Bestimmung 0·1548 g Jodsilber (I.);

nach sechs maligem Wiederholen der Bestimmung 0·2596 g Jodsilber (II.).

In 100 Teilen:

	Gefunden		Berechnet
	I	II	
CH <sub>3</sub> .....	6·7	11·2	12·3

## 4. Trimethylmellimid.



0·2218 g gaben nach zwölfmaligem Wiederholen der Erhitzung 0·3706 g Jodsilber.

In 100 Teilen:

	Gefunden	Berechnet
	10·7	13·8
CH <sub>3</sub> .....		

In derartigen Fällen wird man also am besten auf die Stickstoffmethylbestimmung nach Herzig und Meyer verzichten und an ihre Stelle die Verseifung mit Kalilauge treten lassen.<sup>1</sup> Das Methylamin wird in titrierter Säure aufgefangen und volumetrisch bestimmt.

Wurden z. B. 0·3370 g Trimethylmellimid 6 Stunden lang mit zirka normaler Kalilauge gekocht, so war quantitative Abspaltung des Methylamins eingetreten.

Zur Neutralisation des überdestillierten NCH<sub>3</sub> waren 29·6 cm<sup>3</sup> n/10 Salzsäure notwendig. Berechnet 30·9 cm<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> In methoxylhaltigen Substanzen wird nach Beendigung der Methoxylbestimmung die Jodwasserstoffsäure mit Lauge übersättigt und destilliert.