

Eine frisch bereitete Lösung setzt das aufgenommene Jodmethyl quantitativ um; je älter die Lösung wird, umso stärker treten die früher beschriebenen Erscheinungen auf. Ein Fall, in welchem die Methoxylwerte infolge des Alters der alkoholischen Silbernitratlösung um mehrere Prozente zu tief gefunden wurden, ist mir aus dem Institute Prof. Hans Fischers in München bekannt.

Es empfiehlt sich sonach, die alkoholische Silbernitratlösung nur in geringerer Menge vorrätig zu halten und spätestens nach einigen Monaten durch frische Lösungen zu ersetzen.

Maßanalytische Bestimmung von Methoxyl- und Äthoxylgruppen.

Für die maßanalytische Bestimmung der Alkoxygruppen gibt es zwei Methoden, welche beide mit dem Methoxylbestimmungsapparat von Pregl ausgeführt werden können.

Methoxylbestimmungsmethode nach Kirpal und Bühn. Mikromodifikation nach H. Lieb.¹⁾

Die Methode nach Kirpal und Bühn²⁾ wird analog der Bestimmung nach Zeisel durchgeführt, das übergehende Jodmethyl jedoch in Pyridin aufgefangen, mit welchem es Pyridin-Jodmethylat bildet. Die Pyridinlösung wird nach der Bestimmung abgedampft, der Rückstand mit Wasser aufgenommen und nach Zusatz von etwas Kaliumchromat als Indikator mit Silbernitratlösung titriert. Für die Mikrobestimmung war die Anwendung von 2 Absorptionsgefäßen erforderlich; die Titration erfolgte mit $n/100$ Silbernitratlösung. Die Mikromethode von H. Lieb ergibt gute Resultate, ist jedoch durch die maßanalytische Methoxylbestimmung von F. Vieböck und C. Brecher vollkommen überholt. Die Möglichkeit, mit Hilfe der Pyridinmethode Methoxyl neben Äthoxyl auf Grund der verschiedenen Löslichkeit von Methyljodid und Äthyljodid in Pyridin zu bestimmen, kommt mikroanalytisch auch für eine annähernd genaue Bestimmung kaum in Frage.

Methode von F. Vieböck und C. Brecher.³⁾

Diese Bestimmung stellt einen großen Fortschritt in der Entwicklung der maßanalytischen Mikromethoden dar. Prinzip:

¹⁾ H. Lieb, F. Pregl, l. c., S. 206.

²⁾ Kirpal und Bühn, Monatshefte **36**, 853 (1915).

³⁾ B. **63**, 3207 (1930).