

Die wesentlichsten Fehlermöglichkeiten seien hier kurz zusammengestellt:

1. Die Gasgeschwindigkeit muß annähernd genau auf 4 cm pro Minute gehalten werden.

2. Die Jodwasserstoffsäure ($d = 1,7$) darf nicht zu alt sein und muß bei der Darstellung im Stickstoffstrome destilliert werden. Säuren, welche im Kohlendioxydstrom destilliert wurden, enthalten zu viel Kohlendioxyd gelöst, für welches die Waschvorrichtung nicht ausreicht. Am besten verwendet man Säure, die noch gelb oder rötlichgelb ist. Über die Darstellung siehe S. 194.

3. Die Lauge in der Waschvorrichtung dient nur zum Zurückhalten geringer Mengen saurer Dämpfe von den Lösungsmitteln (Phenol, Essigsäureanhydrid). Die Lauge darf eher stärker als schwächer gewählt werden. Bei Verwendung von Eisessig als Lösungsmittel reicht die Waschvorrichtung nicht aus. In diesem Falle gibt man in das Verbrennungsrohr unmittelbar nach dem Stopfen eine kurze Schicht Natronkalk; Jodalkyl wird davon nicht zurückgehalten.

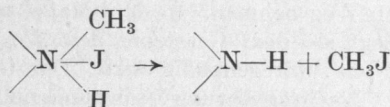
Die quantitative Bestimmung des Alkyles am Stickstoff.

(Methylimidbestimmung.)

**Modifizierte Methode nach F. Pregl,¹⁾ S. Edelbacher,²⁾
A. Friedrich,³⁾ F. Vieböck.⁴⁾**

Die Mikromethylimidbestimmung ist der Makromethode von Herzig und Meyer⁵⁾ nachgebildet. Das Prinzip derselben ist folgendes:

Methylimidverbindungen werden durch Jodwasserstoffsäure in quarternäre Ammoniumbasen übergeführt, welche in der Hitze nach der Gleichung



¹⁾ l. c.

²⁾ Ztschr. f. physiol. Chem. 101, 278 (1918).

³⁾ Mikrochemie VII, 195 (1929).

⁴⁾ l. c.

⁵⁾ B. 27, 319 (1894).

zerfallen. Die Bestimmung ist daher der Methoxylbestimmungsmethode von Zeisel vollkommen analog, nur mit dem Unterschiede, daß die Jodwasserstoffsäure abdestilliert und der Trockenrückstand weiter auf 300 bis 360 Grad erhitzt wird, um die Spaltung des quarternären Salzes zu bewirken.

Durch die Notwendigkeit, den Salzurückstand hoch zu erhitzen, wird (abgesehen von experimentellen Fehlern) der richtige Verlauf der Bestimmung beeinträchtigt, da der Zerfall irgend einer anderen, am Stickstoff gebundenen Atomgruppe die Bildung von Jodalkyl ermöglicht, welches den Jodsilberniederschlag fälschlich vermehrt. Andererseits kann es im Laufe der Reaktion zur Bildung von Methylamin kommen, dessen Jodhydrat mit Jodwasserstoffdämpfen etwas flüchtig ist und sich dadurch der Zerlegung in Jodmethyl und Ammoniumjodid entzieht. Die Abspaltung des Methyls am Stickstoff ist ferner vom Charakter der Methylimidverbindung abhängig und gelingt nicht immer quantitativ. Aus diesen Gründen kann von der Methylimidbestimmung im allgemeinen nicht die gleiche Exaktheit wie von der Methoxylbestimmung verlangt werden, bei welcher es sich nur um eine einfache Äther- oder Esterspaltung handelt.

Der Apparat.

Der erste Apparat zur Mikromethylimidbestimmung von Pregl war ähnlich dem Methoxylbestimmungsapparat gebaut, nur enthielt er zwischen dem vom Siedekölbchen aufsteigenden Rohr und der Waschvorrichtung zwei kugelförmige Erweiterungen zwecks Aufnahme der abdestillierten Jodwasserstoffsäure. Durch eine U-förmige Anordnung des Zuleitungsrohres wurde das Zurückfließen der Jodwasserstoffsäure verhindert. Edelbacher hat den Apparat dadurch verbessert, daß er ein Siedekölbchen aus Quarz verwendet, welches durch Schliff mit der übrigen Apparatur verbunden ist.

Die Anordnung des Preglschen Apparates bedingt, daß sowohl der Gasstrom als auch die destillierende Jodwasserstoffsäure den gleichen Weg nehmen. In dem Maße, wie sich letztere kondensiert, verlegt sie dem Gasstrom den Weg, wodurch das Tempo gehemmt bzw. unregelmäßig wird. Das Gastempo bleibt trotz ständiger Nachregulierung schwankend. Gelegentlich kommt es zu einem momentanen Überdruck, der sich in der alkoholischen Silbernitratlösung ungünstig auswirkt (mangelhafte Absorption), dann wieder zu einem Unterdruck, der das Zurücksteigen der Silbernitratlösung verursachen kann. Diese Erscheinungen bereiten nicht nur dem Experimentator Schwierig-

keiten und beanspruchen ständig seine Aufmerksamkeit, sondern bilden auch eine große, unkontrollierbare Fehlerquelle. Das heiße Gas strömt durch die heiße Jodwasserstoffsäure und geht mit Jodwasserstoff- und Joddämpfen beladen in die unmittelbar benachbarte Waschvorrichtung, welche dadurch stark in Anspruch genommen wird (Edelbacher verwendet zwei Waschvorrichtungen). Kommt es bei den früher beschriebenen Unregelmäßigkeiten des Gasstromes vorübergehend zu einem rascheren Tempo oder gar zu einem Gasstoß (Siedeverzug), so ist ein

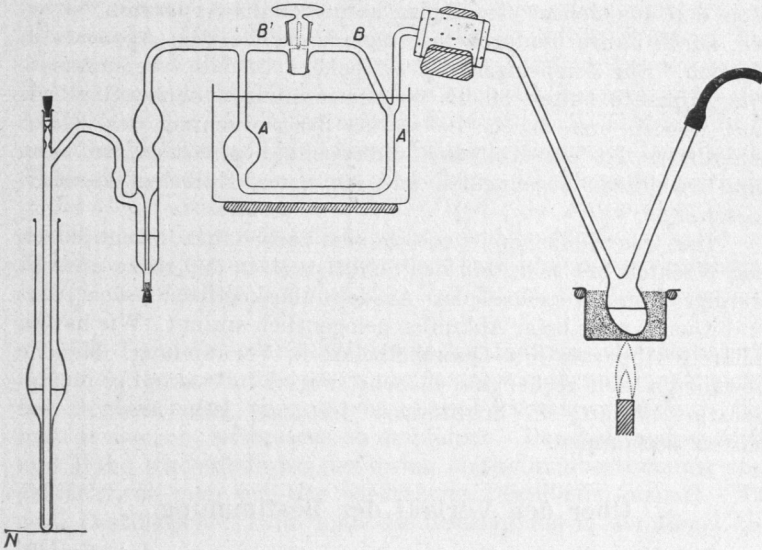


Abb. 36.

kleinerer oder größerer Blindwert unvermeidlich, da keine Waschvorrichtung solchen Anforderungen genügen kann.

Um diese Fehlerquelle zu vermeiden, wurde der in Abb. 36 wiedergegebene Apparat geschaffen. Bei diesem Apparat kann der Gasstrom sowohl den Weg durch das U-Rohr *A*, als auch durch das Hahnrohr *B* nehmen. Die abdestillierte Jodwasserstoffsäure fließt in das Rohr *A* ab und sammelt sich in der Kugel an. Der Gasstrom nimmt dann seinen Weg über das Hahnrohr *B*. Dadurch ist einerseits ein gleichmäßiger Gasstrom während der ganzen Bestimmung gesichert, andererseits die Waschvorrichtung weitgehendst entlastet. Der eingesetzte Hahn hat eine vom oberen Rand senkrecht verlaufende Rille. Durch Drehung des Hahnes

um 90 Grad wird der Gasdurchgang gesperrt, gleichzeitig der Schenkel *B'* mit der Außenluft in Verbindung gesetzt.

Der Apparat wird entweder ganz aus Jenaer Geräteglas hergestellt oder nach Art des Apparates von Edelbacher mit einem Quarzkölbchen, welches mit einem Schliffstück mit dem übrigen Teil verbunden wird. Die Verwendung von Quarz erfolgte hauptsächlich, um das Zerspringen des Kölbchens durch die zurückfließende Jodwasserstoffsäure zu verhindern. Es sei an dieser Stelle besonders darauf hingewiesen, daß die ersten, von Pregl verwendeten Apparate aus gewöhnlichem Glas waren. Von den aus Jenaer Geräteglas hergestellten Apparaten hatten wir durch Jahre hindurch fast täglich ein bis zwei Apparate in Betrieb. Ein Zerspringen des Kölbchens ist nie vorgekommen. Die Apparate halten 30 bis 60 Bestimmungen ohneweiters aus und werden erst durch die starke Beanspruchung des Glases schadhafft. Ist ein Kölbchen unbrauchbar geworden, so kann man es einfach abschneiden und ein neues Kölbchen ansetzen lassen.

Das Quarzkölbchen ist entschieden dauerhafter, bringt jedoch den Nachteil mit sich, daß das Schliffstück in der Hitze undicht werden kann (verschiedener Ausdehnungskoeffizient von Glas und Quarz) oder beim Abkühlen gelegentlich springt. Wir hatten mehrere Apparate mit Quarzkölbchen in Verwendung. Manche bewährten sich recht gut, manche waren fast ständig in Reparatur. Wenn ein Schliffstück festsetzt, läßt man es am besten beisammen.

Über den Verlauf der Bestimmung.

Der Methylimidbestimmungsapparat hat nur den Zweck, die Durchführung der Bestimmung zu ermöglichen und Fehlermöglichkeiten im positiven und negativen Sinne auszuschalten. Ein weiterer wesentlicher Punkt ist jedoch der Verlauf der Bestimmung, zumal gerade bei den Methylimidbestimmungen die Umsetzung von Jodwasserstoffsäure und Substanz nicht immer quantitativ gelingt.

In dieser Hinsicht wurden durch die Untersuchungen Edelbachers wesentliche Fortschritte erzielt. Edelbacher erhitzt zunächst auf 160 Grad, steigert dann langsam die Temperatur auf 200 Grad (20 Minuten), in welcher Zeit die Jodwasserstoffsäure abdestilliert. Nun erhitzt er den trockenen Kolbenrückstand auf 300 bis 360 Grad und beläßt ihn bei dieser Temperatur eine halbe Stunde. Außerdem verwendet er etwas Goldchlorid als Katalysator.

Nach dieser Methode haben wir mit sehr guten Erfolgen gearbeitet, obwohl die katalytische Wirkung des Goldchlorides nicht mit Sicherheit nachzuweisen ist. Mit Beobachtungen über den quantitativen Verlauf der Methylimidbestimmungen haben wir uns durch Jahre hindurch beschäftigt und gefunden, daß der wesentlichste Punkt der Bestimmung die Qualität der Jodwasserstoffsäure ist. Bei Anwendung einer frisch destillierten, fast farblosen oder schwach gelblichen Jodwasserstoffsäure unter Zusatz von wenig reinstem Ammonjodid und Einhaltung der erwähnten Arbeitsvorschrift (ohne Goldchlorid) erhielten wir schon bei der ersten Destillation 95 bis 100% der erforderlichen Jodsilbermenge. Man kann an einem und demselben Präparat beobachten, daß nicht nur die Ausbeute an Jodsilber bei der ersten Destillation verschieden ist, sondern auch die Temperatur bei der Abspaltung des Jodalkyles erfolgt. So ergibt z. B. Theobromin je nach der Qualität der Jodwasserstoffsäure bei der ersten Destillation 60 bis 80% des erforderlichen Jodsilbers; die Abspaltung erfolgt in der Regel zwischen 340 und 360 Grad. Bei Anwendung frisch destillierter Jodwasserstoffsäure ist nicht nur die Ausbeute an Jodsilber fast quantitativ, auch die Abspaltung des Jodmethyles erfolgt dann schon *während der Destillation der Jodwasserstoffsäure*.

Die Darstellung und Reinigung der Jodwasserstoffsäure, wie sie auf S. 194 beschrieben ist und von der wir oft nur zum Zwecke der Regenerierung einer vorhandenen Jodwasserstoffsäure Gebrauch machen, ist bestens zu empfehlen. Der Aufwand an Zeit und Mühe wird schon bei der ersten Methylimidbestimmung eingebracht, da man sich das wiederholte Destillieren erspart. Mit zwei Destillationen kann man die Bestimmung in der Regel abschließen.

Von Bedeutung ist ferner die Auflösung der Substanz vor der Bestimmung. Wenn diese für die Methoxylbestimmung nur bei manchen Substanzen erforderlich ist, so sollte sie für die Methylimidbestimmung zur Erleichterung der Umsetzung ständig ausgeführt werden.

Sehr beachtenswert sind die Erfahrungen, über welche P. Haas¹⁾ in seiner weitgehenden Untersuchung über die Mikromethylimidbestimmung berichtet. Obwohl zweifellos experimentelle Fehler durch die verwendete Apparatur und Reagentien seine Ergebnisse zum Teil beeinflussen, tritt doch im großen und ganzen ein deutliches Bild über die Grenzen der Methylimidbestimmungen hervor. Die Tatsache, daß man bei günstigen Be-

¹⁾ P. Haas, Mikrochemie VII, 69 (1929).

dingungen und Anwendung mehrerer Destillationen gelegentlich den theoretischen Wert im geringeren oder größeren Maße überschreitet (vermutlich durch neugebildetes Alkyljodid) oder umgekehrt bei manchen Substanzen die quantitative Abspaltung nicht vollkommen erreicht, geht aus seinen Untersuchungen klar hervor.

Die experimentellen Fehlerquellen der Methylimidbestimmung werden durch die Anwendung der maßanalytischen Bestimmungsform des Jodalkyles nach F. Vieböck und C. Brecher¹⁾ weitgehendst eingeschränkt, da bei dieser Methode die Anwesenheit von Schwefelwasserstoff keine Rolle spielt. Da stets bei der Methylimidbestimmung die Mengen des auftretenden Schwefelwasserstoffes unvergleichlich größer sind als bei der Methoxylbestimmung (auch bei Anwendung von mittels Phosphor dargestellter Jodwasserstoffsäure, wie Edelbacher nachweist), werden auch trotz aller Vorsicht verunreinigte Jodsilberniederschläge beobachtet. Schon aus diesem Grunde allein ist die Durchführung der Bestimmung auf maßanalytischem Wege vorzuziehen. Unsere Versuchsergebnisse mit der maßanalytischen Methode waren ausgezeichnet. K. H. Slotta und G. Haberland²⁾ haben bei Anwendung der maßanalytischen Methode bei der Mikromethylimidbestimmung sehr gute Erfolge erzielt. Sie arbeiteten erst mit einer Phosphorsuspension in der Waschvorrichtung, sind dann ebenfalls zur Verwendung von Natriumthiosulfat übergegangen, dem sie zweckmäßig etwas Natriumcarbonat zufügen. Die Einwaage führen sie in Hütchen aus Aluminiumfolie aus; die Jodwasserstoffsäure im Siedekölbchen benützen sie für 4 bis 5 Analysen. Als Lösungsmittel wurde Phenol verwendet, die Durchführung der Bestimmung selbst entspricht ungefähr der Methode nach Edelbacher. Bemerkenswert ist die Anwendung von 2 Körnchen rotem Phosphor im Siedegefaß, welche anscheinend zur Verhinderung des Siedeverzuges dienen (analog wie bei F. Vieböck und C. Brecher). Die geringe Menge Phosphor dürfte die Bestimmung kaum beeinflussen. Im allgemeinen ist die Anwendung von Phosphor im Siedekölbchen bei der Methylimidbestimmung nicht zulässig, da die gebildete phosphorige Säure bzw. Phosphorsäure aus dem Trockenrückstand die Jodwasserstoffsäure des quarternären Salzes verdrängen kann und somit die Bildung von Jodalkyl hindert.

Faßt man die vorangehende Besprechung über die Mikromethylimidbestimmung zusammen, so ergibt sich nach dem derzeitigen Stand der Erfahrungen folgendes:

¹⁾ l. c.

²⁾ B. 65, 127 (1932).

1. Es kann sowohl der ursprüngliche Apparat von Pregl als auch der mit Quarzkölbchen versehene Apparat von Edelbacher Verwendung finden. Eine zweite Waschvorrichtung kann bei Anwendung der maßanalytischen Methode entfallen. Der hier beschriebene Apparat hat zweifellos den Vorteil, daß der Experimentator der Mühe der ständigen Gasregulierung enthoben ist und Fehlanalysen durch Störungen im Gastempo ausgeschaltet werden. Außerdem wird die Waschvorrichtung durch Jodwasserstoffdämpfe nicht so sehr in Anspruch genommen wie beim ursprünglichen Apparat von Pregl.

2. Für den quantitativen Verlauf der Bestimmung ist in Anbetracht der schweren Spaltbarkeit vieler Alkylimidverbindungen die Verwendung frischester Jodwasserstoffsäure zu empfehlen, desgleichen ein nicht zu großer Zusatz von reinstem Ammonjodid. Goldchlorid als Katalysator kann entfallen. Für die Durchführung der Destillation ist die Vorschrift Edelbachers die beste.

3. Die Waschvorrichtung wird mit 5%iger wäßriger Natriumthiosulfatlösung gefüllt, eventuell unter Zusatz von Soda, wie bei Slotta und Haberland.¹⁾ Nachdem in den letzten 5 Jahren allgemein bei Methoxylbestimmungen und Methylimidbestimmungen die 5%ige Thiosulfatlösung mit Erfolg angewendet wurde, empfiehlt es sich bei dieser Lösung zu verbleiben.

4. Die Möglichkeit von Fehlresultaten durch Versuchsfehler ist durch den Apparat und die maßanalytische Methode weitgehend ausgeschaltet; Fehlresultate infolge Neubildung von Alkyljodid bei der Spaltung der Alkylimidverbindung, unvollkommener Verlauf der Bestimmung durch schwer oder nicht erfaßbares Alkyl bzw. Methylaminbildung kommen nach wie vor in Betracht.

Die Durchführung der Bestimmung.

Die Reinigung und Trocknung des Apparates, desgleichen die Einwaage der Substanz erfolgt analog der Methoxylbestimmung (s. S. 137). Verwendet man, um die Jodwasserstoffsäure zu schonen, keine Stanniolhütchen, so empfiehlt es sich, das Stoßen der Jodwasserstoffsäure durch die auf S. 134 besprochenen Kapillaren zu verhindern. Die Waschvorrichtung mit der 5%igen Thiosulfatlösung, der man zweckmäßig 0,5% Natriumcarbonat zusetzt, wird so gefüllt, daß das Einleitungsröhrchen 1 bis 2 cm tief eintaucht.

¹⁾ l. c.

Der Apparat wird mit dem Korkstück in ein Stativ eingespannt; das Kölbchen kommt in einen Metallnapf (4 bis 5 cm Durchmesser, 2 bis 2,5 cm hoch), welcher in einen Metallring eingesetzt wird. Man füllt eine 3 bis 4 mm hohe Schicht fein gepulvertes Kupferoxyd in den Metallnapf, setzt das Kölbchen ein und läßt aus einem gefalteten Papier pulveriges Kupferoxyd zulaufen, bis das Kölbchen eingebettet ist und nur die Mündung der beiden Hälse frei bleibt (Abb. 36). Neben das Kölbchen steckt man ein Thermometer in das Kupferoxyd.

Das U-förmige Mittelstück des Apparates wird in eine Kristallisierschale getaucht, welche während der Bestimmung mit heißem Wasser gefüllt ist, um die Kondensation von Alkyljodid in diesem Teil des Apparates zu verhindern. Das Wasser muß bis über die Abzweigung des Rohres reichen.

Bei Verwendung des Apparates nach Pregl bzw. Edelbacher empfiehlt es sich, ein passendes Becherglas bereitzuhalten in welches man die kugelförmige Erweiterung eintauchen kann. Im Bedarfsfalle kühlt man diesen Teil mit Wasser, um das Übergehen von Jodwasserstoffdämpfen in die Waschvorrichtung zu verhindern.

Die Füllung der Vorlage ist gleich wie bei der Methoxybestimmung (s. S. 143). Wird im Laufe der Bestimmung die Bromlösung wesentlich heller, fügt man mittels der Tropfflasche einen Tropfen frisches Brom zu.

Nach Einfüllen der Substanz gibt man in das Siedekölbchen nur eine kleine Messerspitze Ammonjodid, welche höchstens die fünffache Menge der eingewogenen Substanz betragen soll, zu. Dann fügt man 2 cem helle Jodwasserstoffsäure von der Dichte 1,7 zu und stellt den Gasstrom ein. Es soll in der Vorlage immer eine Blase aufsteigen, sobald die vorangehende die Oberfläche erreicht hat.

Man erhitzt zunächst vorsichtig auf 160 Grad und steigert die Temperatur langsam innerhalb 30 Minuten auf 200 Grad. Bei dieser Temperatur verbleibt man, bis die gesamte Jodwasserstoffsäure abdestilliert ist; dann erst erhitzt man weiter auf 350 bis 360 Grad und verbleibt in diesem Bereiche eine halbe Stunde.

Nach Ablauf dieser Zeit stellt man die Heizung ab, schiebt den Apparat etwas höher und spült das Einleitungsrohr aus. Der Gasstrom wird nicht abgestellt. Die weitere Behandlung der Bromlösung siehe S. 144.

In der Regel ist eine zweite Destillation erforderlich. Zum Zurücksaugen der Jodwasserstoffsäure klemmt man den Zuleitungsschlauch in unmittelbarer Nähe des Einleitungsrohres ab

und dreht den Glashahn um 90 Grad, so daß die seitliche Rille gegen die Waschvorrichtung gerichtet ist. Durch das Abkühlen des Siedekölbchens wird die Jodwasserstoffsäure automatisch zurückgesaugt. Sollte das Kölbchen schon zu kalt sein, saugt man mit dem Munde zurück.

Die Jodwasserstoffsäure fließt nie quantitativ in das Siedekölbchen zurück, einige Tropfen verbleiben immer in den Röhren. Will man mit Rücksicht auf eventuell abdestilliertes Methylaminjodhydrat die Säure quantitativ in das Siedekölbchen zurückbringen, so kann man die Röhrenleitung nachwaschen, indem man etwas frische Jodwasserstoffsäure in eine Pipette aufsaugt, die Spitze derselben auf die seitliche Rille des Hahnes bringt und am Zuleitungsschlauch langsam ansaugt. Die Säure fließt durch die Hahnritze und die Röhre *B'* in die Kugel und von dort in das Siedekölbchen.

Bei Verwendung des Apparates nach Pregl bzw. Edelbacher wird beim Zurücksaugen der Jodwasserstoffsäure die Waschvorrichtung am besten vorher entleert, um ein Zurücksteigen zu verhindern.

Ist die Säure in das Siedekölbchen zurückgebracht, dieses wieder in das Kupferoxyd eingebettet, stellt man den Hahn wieder zurück, legt eine frische Bromlösung vor und beginnt mit der zweiten Destillation. Bei der zweiten und allen folgenden Destillationen genügt es, die Temperatur innerhalb einer Stunde auf 360 Grad zu steigern und dann 30 Minuten auf dieser Temperatur zu belassen.

In der Regel ist nach zwei Destillationen das gesamte abspaltbare Alkyl erfaßt. Eine dritte Destillation muß jedoch zur Sicherheit durchgeführt werden. Das negative Ergebnis der dritten, eventuell einer vierten Destillation bildet den Abschluß der Bestimmung.

Berechnung: Die Berechnung erfolgt auf Methyl (CH_3). Der Gesamtverbrauch an Thiosulfatlösung wird durch 6 dividiert.

1 ccm $\frac{n}{100}$ Thiosulfatlösung ist äquivalent 0,1502 mg CH_3
(log. = 17676),

1 ccm $\frac{n}{50}$ Thiosulfatlösung ist äquivalent 0,3005 mg CH_3
(log. = 47780).

1 ccm $\frac{n}{30}$ Thiosulfatlösung ist äquivalent 5,008 mg CH_3
(log. = 69964),

log. % CH_3 = log. (Äquivalent) + log. (ccm $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) + (1 — log. Einwaage).

Bestimmung von Methoxyl neben Methylimid.

Die Bestimmung von Methoxyl neben Methylimid ist nur dann möglich, wenn die Methylimidgruppe bei den für die Abspaltung der Methoxylgruppe erforderlichen Bedingungen noch nicht angegriffen wird. Man führt die Bestimmung daher so aus, daß man zunächst die in den Methylimidbestimmungsapparat eingewogene Substanz nur mit Jodwasserstoffsäure und dem Lösungsmittel versetzt und mit kleinem Flämmchen in ruhigem Kochen erhält. Das U-förmige Rohr des Apparates wird in heißes Wasser gestellt, um die Kondensation von Jodalkyl zu verhindern; außerdem wird die Bestimmung auf 40 Minuten ausgedehnt, um die quantitative Überspülung des Jodalkyles durch den größeren Apparat zu sichern.

Nach Ablauf dieser Zeit wird die Flamme abgedreht, das Einleitungsröhrchen ausgespült und die Bromlösung, wie auf S. 144 beschrieben, titriert.

Ist die Jodwasserstoffsäure abgekühlt, wird etwas Ammonjodid in das Kölbchen gebracht, wobei man zum Einfüllen zweckmäßig das Wägeröhrchen von H. Lieb verwendet (s. S. 77). Nun bettet man das Kölbchen in das Kupferoxyd, legt eine frische Bromlösung vor und führt die Bestimmung so durch, wie die Methylimidbestimmung s. S. 157.

Quantitative Bestimmung der Acetylgruppe.

Bei der Acetylbestimmung handelt es sich prinzipiell darum, die Acetylgruppe zu verseifen und die gebildete Essigsäure zu titrieren. So einfach der Vorgang scheint, so schwierig ist die richtige experimentelle Durchführung, da die Essigsäure oft störende Verunreinigungen enthält. Als solche kommen in Betracht: 1. Kohlensäure, 2. flüchtige Stoffe aus dem Verseifungsmittel, 3. Verbindungen, die durch Reaktion des Verseifungsmittels mit dem Verseifungsprodukt entstehen. Analysen von Stoffen, bei welchen ein leichtflüchtiges, sauer reagierendes Verseifungsprodukt erhalten wird, kommen für eine Mikrobestimmung kaum in Frage.

Die Methodik der Mikroacetylbestimmung muß daher so beschaffen sein, daß sie entweder diese Verunreinigungen der Essigsäure ausschließt oder quantitativ in einwandreier Form