

## 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