

in Rechnung stellt. Als Verseifungsmittel kommt die von K. Freudenberg<sup>1)</sup> erstmalig verwendete und für die Acetylbestimmung vorgeschlagene p-Toluolsulfosäure in Betracht.

## Mikroacetylbestimmung nach K. Freudenberg und E. Weber.<sup>2)</sup>

Nach dieser Methode wird die Substanz in alkoholischer Lösung mit p-Toluolsulfosäure verseift und die entstehende Essigsäure durch den anwesenden Alkohol verestert. Der gebildete Essigester wird in mehreren Destillationen abdestilliert, der Alkohol im Reaktionsgefäß wieder ergänzt, bis schließlich die gesamte Essigsäure verestert und entfernt ist. Der Essigester wird über n/20 Natronlauge aufgefangen, wieder verseift, der Alkohol vertrieben und schließlich die Essigsäure titriert. Die Methode gibt ausgezeichnete Resultate, zumal die methodischen Schwierigkeiten der Acetylbestimmung durch diese Anordnung überbrückt werden. Die ausgedämpfte, mit neutralem Alkohol gewaschene Apparatur, welche keinen durchziehenden Gasstrom braucht, schaltet die Fehlermöglichkeiten durch Kohlensäure von vorneherein aus. Im Reaktionsgefäß wird die Temperatur der siedenden alkoholischen Lösung nie überschritten, infolgedessen kommt es weder zur Bildung von schwefeliger Säure, noch zu einer Zersetzung des Verseifungsproduktes.

Die Methode, welche Substanzeinwaagen von 15 bis 20 mg erfordert, somit keine eigentliche Mikromethode ist, bedarf eines komplizierten Apparates und eines erfahrenen Analytikers. Sie kommt daher als Laboratoriumsmethode für gelegentlichen Gebrauch nicht in Betracht. Für Laboratorien jedoch, in welchen ständig Acetylbestimmungen gemacht werden, ist sie bestens zu empfehlen, zumal sie die einzige Methode ist, bei welcher die Flüchtigkeit der verseiften Substanz nicht so stören kann, als bei den übrigen Methoden, bei welchen die Essigsäure im Vakuum abdestilliert wird. Der Anwendungsbereich ist dadurch erweitert.

## Methode von F. Pregl und A. Soltys.<sup>3)</sup>

Bei dieser Methode wird die Verseifung der Substanz mit wäßriger, 25%iger Toluolsulfosäure durchgeführt, die gewonnene

<sup>1)</sup> Ztschr. f. angew. Chem. 38, 280 (1925).

<sup>2)</sup> l. c.

<sup>3)</sup> Mikrochemie VII, 1 (1929).