

chromat, am besten mit einer haarfeinen Glaskapillare zugesetzt und hierauf mit 0,01-Normalsilberlösung bis zum Eintritt der ersten Spuren eines schwach bräunlichen Tones titriert. Dieser Farbumschlag ist bei Tageslicht nach einiger Übung gut, bei künstlicher Beleuchtung etwas schwer wahrzunehmen. Obwohl die Resultate außerordentlich befriedigend sind und überdies die Pyridinmethode auch bei schwefelhaltigen Körpern einwandfrei anwendbar ist, empfiehlt sich doch die gravimetrische Methode der Methoxylbestimmung mehr, weil sie jederzeit, auch bei künstlichem Licht und ebenso schnell wie die titrimetrische auszuführen ist. In schwefelhaltigen Körpern läßt sich ebenso genau der Methoxylgehalt nach der mikrogravimetrischen Methode bestimmen, wenn man statt der wässrigen Phosphorsuspension in die Waschvorrichtung des Apparates eine Suspension von rotem Phosphor in 5 proz. Kadmiumsulfatlösung einfüllt.

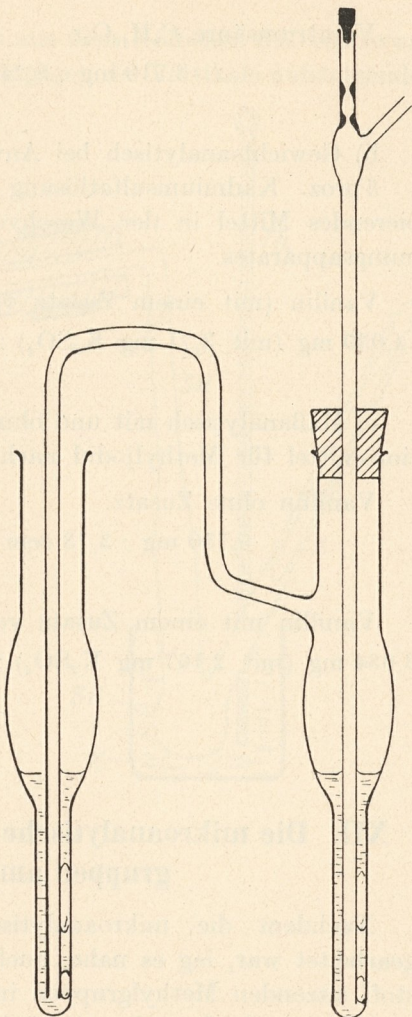


Fig. 31. Vorlage zur Ausführung der Methoxyl- und Methylimidbestimmungen unter Verwendung von Pyridin als Absorptionsmittel. ($\frac{1}{2}$ natürl. Größe.)

Einige Analysenbeispiele zur Mikromethoxylbestimmung.

a) Gewichtsanalytisch bei Abwesenheit von Schwefel.

Vanillin:

$$3,750 \text{ mg} : 5,78 \text{ mg AgJ} = 20,37\% \text{ OCH}_3.$$

$$\text{Ber.} : = 20,40\% \text{ OCH}_3.$$