

Weise bis zur Trockne ab. Die Kältemischung wird nunmehr entfernt, und der Winkler-Apparat abgetrocknet. Nachdem man noch circa $\frac{1}{2}$ Stunde bei gewöhnlicher Temperatur die Operation hat vor sich gehen lassen und man so sicher ist, dass nunmehr aller Methylalkohol in die Jodwasserstoffsäure übergetrieben ist, wird zunächst die unterste Windung des Winkler-Apparates durch ein Oel- oder Glycerinbad langsam auf $140\text{--}150^\circ$ erwärmt. Um ein Zurückspritzen zu vermeiden, lässt man den Luftstrom jetzt etwas rascher durchpassiren. Nachdem alles Jodmethyl überdestillirt ist, nimmt man die Flamme unter dem Glycerinbade fort und leitet noch eine Zeit lang die Luft durch.

Entfernt man vorher die für die Umsetzung des Jodmethyls dienenden Vorlagen, so kann die überhitzte Jodwasserstoffsäure plötzlich aufkochen und in das U-Rohr geschleudert werden.

Bis hierher dauert die Ausführung der Bestimmung circa 3—4 Stunden. Die jetzt folgenden Operationen zur Abscheidung und Wägung des Jodsilbers sind dieselben, wie die für die gewöhnliche Methoxylbestimmung von Zeisel angegebenen.

Die Jodwasserstoffsäure kann mehrere Male hinter einander benutzt werden, da sie in Folge des Trocknens des Alkohols durch das Kupfersulfat fast gar nicht verdünnt wird.

Die angeführten Beleganalysen zeigen zwar keine sehr gute Uebereinstimmung mit den theoretisch erforderlichen Werthen; die Methode genügt aber den Anforderungen einer Gruppenbestimmung.

Für die Bestimmung von Estern in Alkoholen empfehlen Barbet und Jandrier¹⁾ die Anwendung des Zuckerkalkes als Verseifungsmittel. Im Gegensatz zu der gewöhnlich angewandten Kalilauge ist dieser ohne Einfluss auf etwa vorhandene Aldehyde.

Zur Herstellung der Lösung des Zuckerkalkes verwendet man auf 1 Theil Kalk 5 Theile Zucker und verdünnt mit so viel einer wässrigen Zuckerlösung, dass die Flüssigkeit eine etwa $\frac{1}{10}$ Normal-Kalklösung darstellt.

Für die Ausführung der Bestimmung fügt man zu 100 cc des zu untersuchenden Alkohols 10 cc der Zuckerkalklösung, erhitzt 2 Stunden lang am Rückflusskühler und titrirt mit $\frac{1}{10}$ Normalsäure zurück. Die verbrauchte Menge Kalk entspricht dem vorhandenen Ester; man berechnet sie als Essigester.

¹⁾ Ann. Chim. anal. appl. **1**, 367; durch Chemiker-Zeitung **20**, R. 275.