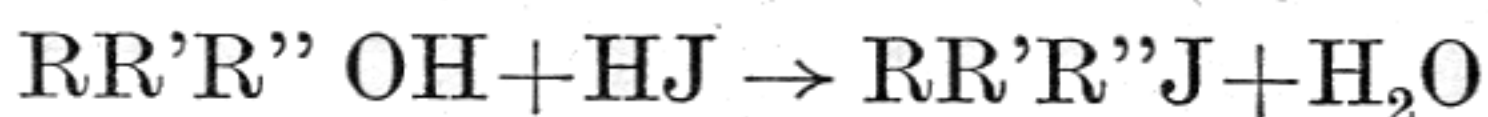


Tertiäre Alkohole bis einschließlich C₁₀ können mit Jodwasserstoffsäure in die entsprechenden Alkyljodide übergeführt und dann UV-spektroskopisch nachgewiesen werden. Die der Methode zugrunde liegende Reaktion



verläuft sowohl in Wasser als auch in organischen Lösungsmitteln quantitativ und wird durch viele sauerstoffhaltige Verbindungen einschließlich primärer und sekundärer Alkohole nicht gestört.

Zur Bestimmung bringt man eine max. 0,08 mMol. Probe in eine Schüttel-einrichtung und verdünnt mit 25 ml Cyclohexan. Bei wäßrigen Lösungen werden 100 bis 200 mg Probe eingewogen und mit 25 ml Cyclohexan versetzt. Dann fügt man 3 ml Jodwasserstoffsäure zu und schüttelt 3 min. Diese Reaktionslösung wird anschließend in einen Scheidetrichter gebracht, erneut gut durchgeschüttelt und nach Phasentrennung die wäßrige Lösung abgelassen und verworfen. Zur Entfernung der Jodfarbe versetzt man dann die Cyclohexanlösung mit 10 ml 1M Natriumhydroxidlösung und einigen Tropfen Wasserstoffsuperoxid (30%ig). Die entfärbte klare Lösung wird dann in eine 1-cm-Küvette gegen eine Reagentienblindlösung im Bereich von 240 bis 300 m μ vermessen. Das charakteristische Absorptionsmaximum der Alkyljodide liegt bei 268 m μ . Der Gehalt kann einer Eichkurve entnommen werden, die mit einem bekannten tertiären Alkohol unter den genannten Bedingungen erstellt wurde. (Analytic. Chem. 38, 612 [1966].)