vorsichtig 10 min lang im Vakuum und wägt nach dem Auskühlen. Danach löst man diese Asphaltene und Harze in 4,4 g Benzol, mit dem der Tiegel vorher ausgewaschen wurde, unter Rückfluß. In diese Lösung tropft man nunmehr aus der Bürette unter Umschwenken 50 ml eines 3:2-Gemisches von Aceton und Benzol und läßt bei Raumtemperatur 10–12 Std stehen. Man saugt wieder durch den bereits benutzten Sinterglastiegel ab, wäscht mit 100 ml des gleichen Aceton-Benzol-Gemisches nach, trocknet Tiegel und Kolben bei 100° C im Vakuum zur Gewichtskonstanz und errechnet aus der Zunahme die Asphaltene. Das Filtrat destilliert man zur Trockne im 100 ml-Kolben und trocknet die Harze bei 100° C im Vakuum zur Gewichtskonstanz. Die Auswaagen an Öl, Harzen und Asphaltenen berechnet man in Prozenten der Einwaage. Die Ergebnisse sind hinreichend genau und gut reproduzierbar.

¹ Chem. analit. (Warszawa) 4, 69–71 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.)
Erdöl-Inst., Krakau (Polen). H. FREYTAG

Über eine direkte photometrische Titration von Wasser in Essigsäure berichtet S. BRUCKENSTEIN¹ in einer ausführlichen Abhandlung. Grundlage des Verfahrens ist die katalysierte Umsetzung von Essigsäureanhydrid mit Wasser durch Schwefelsäure. — Zur *Durchführung der Bestimmung* gibt man etwa 3 ml Essigsäure in eine trockene 1 cm-Quarzküvette, verschließt die Küvette und wägt. Dann fügt man aus einer Mikrobürette 0,1 ml 2 m Schwefelsäure in Essigsäure hinzu und mißt die Extinktion gegen reine Essigsäure bei 256 nm. Nun wird stufenweise aus einer Ultramikrobürette mit Essigsäureanhydrid titriert und nach jeder Zugabe die Extinktion gemessen. Man trägt in bekannter Weise die Meßwerte gegen die Zugabe von Anhydrid auf. Am Endpunkt der Titration steigt die Absorption stark an. Um Störungen durch Luftfeuchtigkeit zu vermeiden, erfolgt die Zugabe des Titrationmittels in einem Trockenschrank, der von besonders getrockneter Luft durchströmt wird. Es können nach dieser Methode in 1 cm-Küvetten noch 0,009% Wasser in 2,67 ml Essigsäure bestimmt werden. Mit dem Karl Fischer-Reagens ist für diese Empfindlichkeit eine viel größere Probemenge erforderlich. Die Arbeit enthält eine ausführliche Beschreibung zur Reindarstellung der Reagentien, Titer-einstellung unter Berücksichtigung der Wassergehalte der benutzten Lösungen und eine eingehende Diskussion zur Kinetik der durch Säure katalysierten Umsetzung von Essigsäureanhydrid mit Wasser.

¹ Analyt. Chemistry 31, 1757–1760 (1959). Univ. Minnesota, Minneapolis, Minn. (USA). H. SPECKER

Gelatine. Nach Versuchen von ST. KICIAK¹ kann Gelatine durch Titration mit Biuretlösung bekannter Konzentration quantitativ titriert werden, indem man z. B. zu 100 ml der Gelatinelösung (mit einem Gehalt von 10–200 mg) Biuretlösung (1 mg Cu/ml) zufließen läßt und nach jedem Zusatz die Extinktion im Lange-Colorimeter mit dem Orangefilter OG2 mißt. Die Extinktionswerte werden für die Volumvergrößerung korrigiert. Bei graphischer Auswertung ergibt sich für die Wendepunkte ein konstantes Mengenverhältnis von Kupfer und Gelatine. — Bei Kenntnis der Gelatinekonzentration kann das Verfahren auch umgekehrt zur *Kupferbestimmung* dienen.

¹ Chem. analit. (Warszawa) 4, 759–760 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Übersetzung.) Polytechn. Inst. Poznań (Polen). A. KURTENACKER

Zur Bestimmung geringer Wassergehalte in Pyridinbasen verwendet F. OEHME¹ die Analyse über die Bestimmung der Dielektrizitätskonstante des feuchten Gemisches und den Vergleich dieser DK mit der des gleichen Präparates nach Behandlung mit Linde-Molekularsieb A4 (40 g Säule für 50 ml Probe, 10 min). Durch