Eine Modifikation der Hexanitritokobalt(III)-Methode zur absorptiometrischen Bestimmung von Kalium für Mengen im μg -Bereich beschreiben C. KENYON, T. C. J. OVENSTON und C. A. PARKER¹. Reagenzien: 1. Natrium-nitrito-kobalt (III)-Reagens, 12,5 g von reinem $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ löst man in 100 ml H_2O , fügt 100 ml 95% iges Äthanol zu, läßt über Nacht bei -5°C stehen, zentrifugiert und filtriert die klare Lösung in ammoniakfreier Atmosphäre. Unmittelbar danach ist das Reagens zu verwenden. 2. α -Naphthylamin-Reagens. Man löst 1,25 g aus Petroläther umkrystallisiertes α -Naphthylamin in 1 l Äthanol und fügt 10 ml 10 n Salzsäure zu. 3. Waschflüssigkeit. Man mischt 9 Volumina Aceton mit 1 Volumen Wasser. 4. Natriumnitritlösung (für das Eichdiagramm). Man löst 1,339 g von reinem Natriumnitrit zum Liter und verdünnt 10 ml dieser Lösung auf 1 l. 10 ml der Endlösung enthalten 133,9 μg NaNO_2 , die 25 μg K entsprechen. Dieses Zahlenverhältnis gründet sich auf das Molverhältnis $6\text{NO}_2 : 1,977\text{K}$ in dem Niederschlage.

Bestimmung: Die zu untersuchende Probe mit nicht mehr als 100 μg Kalium soll frei sein von Ammoniumsalzen und Schwermetallen, sie kann aber Na, Li, Mg und Ca in großem Überschuß enthalten. Man verdampft in einem 20 ml fassenden Quarztiegel zur Trocknis, löst den Rückstand in 0,5 ml Wasser, fügt 10 ml Fällungsreagens zu, läßt in einem luftdicht verschlossenen Gefäß (etwa einem leeren Exsiccator) 2 Std bei -5°C stehen, filtriert dann in ammoniakfreier Atmosphäre durch einen Mikroporzellanfiltriertiegel und wäscht 5mal sorgfältig mit je 5 ml der Waschflüssigkeit. Man bringt den Filtertiegel in den Quarztiegel zurück, übergießt mit 4 ml heißem Wasser, läßt 10 min am kochenden Wasserbad stehen, filtriert durch den Filtertiegel in ein 20 ml-Meßkölbchen, wäscht wiederholt mit heißem Wasser nach, kühlt das Fläschchen auf 20°C ab und füllt zur Marke auf. 5 ml dieser Lösung pipettiert man in ein 25 ml-Meßkölbchen, das 5 ml Wasser enthält, fügt 10 ml des α -Naphthylamin-Reagens zu, mischt und läßt 10 min im Dunkeln stehen. Dann stellt man bei zerstreutem Licht für 30 min in ein Wasserbad von 60° , kühlt auf 20°C ab, füllt mit Wasser zur Marke auf und mißt die Extinktion der Lösung. Die Extinktion einer Blindprobe von 0,5 ml Wasser, die der gleichen Prozedur zu unterworfen ist, ist in Abzug zu bringen. Der Kaliumgehalt ist einer Eichkurve zu entnehmen, die man erhält, indem man steigende Mengen der Natriumnitritlösung mit α -Naphthylamin in der beschriebenen Weise reagieren läßt und die Extinktionen der Lösungen über einen Nitritbereich mißt, der 2,5—25 μg Kalium entspricht. Die Kaliummenge ist gegen die Extinktion aufzutragen. Die der Kurve entnommene und mit 4 multiplizierte Kaliummenge entspricht dem Kaliumgehalt der Probe. Der mittlere Fehler wurde bei Kaliummengen über 40 μg zu 1,2 μg und bei Mengen unter 40 μg zu 0,7 μg gefunden. R. LANG.

Zink. *Ein praktisch spezifischer Nachweis* ergibt sich nach W. E. MORRELL² aus der Tatsache, daß Zink das einzige Metall ist, dessen *Ferrocyanid* sich in Lauge löst und aus der Lösung mit verdünnter Säure wieder ausfällt. Störungen können durch Blei, Zinn(II) und (in Gegenwart von Ammoniumsalz) durch Kupfer oder Kobalt verursacht werden. Blei wird mit NaCl bis auf einen unschädlichen Rest beseitigt, die störende Wirkung von Zinn wird vermieden, indem man keinen großen Überschuß an NaOH zum Lösen des Zinks verwendet. Bei Gegenwert von Kupfer oder Kobalt verjagt man NH_3 durch Erhitzen der alkalischen Lösung. Etwa anwesendes Cyanid soll vor Ausführung des Zinknachweises entfernt werden. Man säuert die unbekannte Lösung mit HCl an oder versetzt, wenn sie schon sauer ist, mit NaCl-Lösung. Zu dem Filtrat (oder Zentrifugat) gibt man so viel 3—6 n Natronlauge, bis das ausgefällte $\text{Zn}(\text{OH})_2$ wenigstens teilweise gelöst ist (ein zu großer

¹ Analyst. (Lond.) **75**, 269 (1950).

² J. chem. Educat. **27**, 274 (1950).