

Eine Schnellmethode zur Bestimmung von Kalium in Salz und anderen Salinenprodukten mit *Natriumtetraphenylborat* empfiehlt B. RIVA¹. Mit dem Reagens fällt man die Kaliumionen aus wäßriger Lösung, filtriert, wäscht den Niederschlag und läßt in bekannter Weise das Kaliumtetraphenylborat in acetonischer Lösung in Gegenwart eines vorgegebenen Alkaliüberschusses mit Quecksilber(II)-chlorid reagieren. Die hierbei freigewordene Salzsäure (3 Mol je Gramm-atom Kalium) ermittelt man durch Rücktitration des nicht verbrauchten Alkaliüberschusses. Die Umrechnungsfaktoren sind 0,0002606 bzw. 0,0003139 für den K⁺- bzw. K₂O-Gehalt in Gramm. Den Belegen ist eine sehr gute Übereinstimmung der Ergebnisse mit jenen der Perchloratmethode zu entnehmen. Eine Bestimmung dauert bei Reihenuntersuchungen 20–25 min.

¹ Ann. Chimica **51**, 52–63 (1961). Inst. angewandt. Chem., Univ. Cagliari (Italien).
H. FREYTAG

Den Natrium- und Kaliumoxidgehalt in Glas erfassen W. GEILMANN und G. TÖLG¹ *flammenphotometrisch*, nachdem die die Alkalimetalle begleitenden Kationen als Oxinatkomplexe² mit Chloroform extrahiert worden sind. Liegt wenig Kalium neben viel Natrium vor, wird die Kaliumbestimmung nach Fällung des Kaliums mit Natriumtetraphenylborat bei Mitfällung von Ammoniumtetraphenylborat³ durchgeführt. — *Arbeitsweise*. Etwa 10 mg der gepulverten Glasprobe werden mit 1–2 ml 40%iger Flußsäure und 0,5 ml 60–70%iger Perchlorsäure nach W. GEILMANN u. Mitarb.⁴ aufgeschlossen und die Perchlorsäure bei 180–190° C weitgehend abgeraucht (ein unvollständiges Abrauchen der Säure erschwert beim späteren Zusatz von Ammoniak infolge gebildeter Ammoniumsalze eine p_H-Einstellung von p_H > 10). Der im Tiegel verbleibende Rückstand wird mit 1 ml 2 n Salzsäure aufgenommen, mit Wasser in ein 25 oder 50 ml-Meßkölbchen gespült und zur Marke aufgefüllt. Bei Materialmangel spült man direkt in einen 100 ml-Scheidetrichter und verdünnt auf 20 ml. — *Abtrennung der Kationen von den Alkaliionen*. a) bei < 50 µg TiO₂ und P₂O₅/20 ml Probelösung. Zu 20 ml der Aufschlußlösung gibt man 0,5 ml 1 m Ammoniumtartratlösung und stellt mit 3 ml oder mehr Milliliter konz. Ammoniak p_H > 10 ein. Nun fügt man mindestens 10 ml einer 2%igen Oxin-Chloroformlösung, die 4% Butylamin enthält (täglich frisch bereitet), zu und schüttelt kräftig 2 min. Die Extraktion wird mit je 5 ml der gleichen Chloroformlösung so oft wiederholt, bis die organische Phase farblos bleibt (meistens nach zwei weiteren Extraktionen). In den vereinigten Chloroformphasen werden die abgetrennten Kationen bestimmt (siehe unten). Zur Entfernung von Reagens aus der zurückgebliebenen wäßrigen Phase wird zweimal mit je 3–5 ml reinem Chloroform nachgeschüttelt. Anschließend dampft man die wäßrige Phase in einem 100 ml-Erlenmeyer-Kolben aus Quarz auf 5 ml ein um Ammoniak und Butylamin zu vertreiben und spült die erhaltene Lösung, die zur Kalibestimmung verwandt wird, in ein Meßkölbchen über. — b) Bei > 50 µg TiO₂/20 ml Probelösung. Die verdünnte, etwa 0,1 n salzsaure Aufschlußlösung wird mit 0,1 ml Perhydrol versetzt, mit etwa 2 ml 1 m Ammoniumacetatlösung ein p_H 2–4 eingestellt und anschließend mit je 5 ml 1%iger Oxin-Chloroformlösung so oft ausgeschüttelt, bis die Chloroformphase farblos bleibt. Überschüssiges Perhydrol wird mit 2 ml gesätt. SO₂-Wasser zerstört, anschließend gibt man 0,5 ml 1 m Ammoniumtartratlösung zu und verfährt nach a) weiter. — c) Bei P₂O₅-Gehalt > 1% wird vor der Extraktion mit Oxin-Butylamin-Chloroform eine Abtrennung der Kationen auf einem Kationenaustauscher (in der H⁺-Form)⁵ durchgeführt. Phosphat und Sulfat finden sich im Durchlauf, die Kationen werden anschließend mit Salzsäure eluiert. Das Eluat wird zwecks Vertreibung der Salzsäure eingengt, dann nach a) oder b) weiterverfahren. — *Bestimmung von Natrium*