

*Verbindungen* wird die Probe mit zersetztem Silberpermanganat nach J. KÖRBL<sup>3</sup> im Verhältnis 1:10 versetzt und in einem Glühröhrchen zur Rotglut erhitzt. Nach dem Erkalten fügt man überschüssige Metaphosphorsäure zu und zieht das Glühröhrchen 15 mm über dem Boden zu einer 1 mm weiten, 15–20 mm langen Capillare aus. Durch kräftiges Erhitzen destilliert die freigesetzte Schwefelsäure in die Capillare. Das untere Ende wird abgeschmolzen und aufgeschnitten. Man füllt die Capillare mit gesätt. Kaliumpermanganatlösung und läßt auf ein mit Bariumchlorid imprägniertes Papier ausfließen. Man erhitzt 10 min auf 80°C, wäscht gründlich unter fließendem Wasser und reduziert das überschüssige Mangan(IV)-oxid mit Oxalsäurelösung. Ein roter Fleck zeigt Sulfat an. — Zum Nachweis von Schwefel in *anorganischen Substanzen* wird sehr fein gepulvertes zersetztes Silberpermanganat verwendet; ansonsten verläuft der Nachweis analog.

<sup>1</sup> Mikrochim. Acta (Wien) 1962, 106–110. Inst. anorg. Chem., Bergakad. Freiberg/Sachsen. — <sup>2</sup> Tüpfelanalyse, Anorg. Teil, 4. deutsche Aufl., Akad. Verlagsges. 1960, S. 316. — <sup>3</sup> Mikrochim. Acta (Wien) 1956, 1705; vgl. diese Z. 157, 34 (1957).  
L. J. OTTENDORFER

#### IV. Spezielle analytische Methoden

##### 2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Über die **Kaliumbestimmung in pflanzlichen Substanzen mit Hilfe der Dead stop-Methode** berichtet H. MUNK<sup>1</sup>. Verf. hat Untersuchungen durchgeführt, die zum Ziele hatten, die für Düngemittel bekannte Methode von SCHMIDT<sup>2</sup> auch für pflanzliche Substanzen zugänglich zu machen. Es stellte sich heraus, daß bei der Rücktitration des Kalignostüberschusses mit Thalliumnitratlösung nur dann richtige Analysenwerte gefunden werden, wenn bei Titerstellung und Analysenrücktitration ungefähr die gleichen Volumina Thalliumnitratlösung verbraucht werden. Die Erklärung liegt darin, daß je nach dem Kalignostüberschuß im Fällungsvolumen sich der Faktor der Lösung ändert. Die Abhängigkeit des Faktors vom Kalignostüberschuß ist für beide Fälle verschieden. Erst bei einem Kalignostüberschuß von etwa 18 ml schneiden sich die beiden Geraden, so daß nur bei diesem Überschuß der experimentell bestimmte Faktor der Lösung auch bei der Analyse verwendet werden kann. In allen anderen Fällen ist es notwendig, die Faktorabhängigkeit der überschüssigen Kalignostlösung zu bestimmen und daraus graphisch den richtigen Faktor bei der Analyse zu extrapolieren. — Die Vorbereitung der pflanzlichen Substanzen muß durch Trockene oder nasse Veraschung vorgenommen werden. Wäßrige Auszüge, die mit Phosphorwolframsäure geklärt wurden, können nicht titriert werden. Anwesende Ammoniumionen müssen durch Behandeln der Probe mit Natronlauge entfernt werden. Der Titrationsbereich umfaßt 1–20 mg K<sub>2</sub>O. Das Verhältnis K<sub>2</sub>O:N kann bis zu 1:10 betragen. Genaue Vorschriften für die Bereitung der Lösungen und der Ausführung der Analyse werden vom Verf. gegeben.

<sup>1</sup> Landwirtschaftl. Forsch. 15, 145–151 (1962). Landw. Vers. Stat. Bladenhorst, Chem. Werke Castrop-Rauxel. — <sup>2</sup> SCHMIDT, H. J.: diese Z. 157, 321 (1957).  
G. SCHÖBER

Die **Abtrennung der Spurenelemente (Pb, Mn, Cu, Ni, Co, Zn und Ti) aus südafrikanischen Pflanzen von Eisen durch Ionenaustauschchromatographie** beschreibt F. W. E. STRELOW<sup>1</sup>. Die Metalle werden nach STETTER<sup>2</sup> als Pyrrolidin-