

Ueber eine einfache Methode der Bestimmung des Kaliums im Harn.

Von

W. Autenrieth und René Bernheim.

Mittheilung aus der medic. Abth. des chem. Universitätslaboratoriums zu Freiburg i. B.
(Der Redaction zugegangen am 3. Oktober 1902.)

Das Bedürfniss nach einer einfachen, nicht zu zeitraubenden und dabei hinreichend genauen Methode der Bestimmung der im Harn vorkommenden Alkalimetalle geht schon daraus hervor, dass seit Jahren von verschiedenen Seiten neue Methoden, die freilich zum Theil nur Modificationen von früheren, bereits bekannten Verfahren darstellen, in Vorschlag gebracht und empfohlen werden. Hierbei handelt es sich besonders um eine brauchbare klinische Methode, die den Bedürfnissen des Mediciners in vollem Maasse Rechnung trägt, die also bei hinreichender Genauigkeit rasch und leicht auch von demjenigen ausgeführt werden kann, der nicht gerade über eine grössere Erfahrung und Uebung im chemischen Arbeiten verfügt. Kretschy,¹⁾ sowie R. Pribram und G. Gregor²⁾ haben eingehende kritische Untersuchungen über die verschiedenen Methoden der Bestimmung der Alkalien im Harn angestellt; besonders die letztgenannten Autoren sind zu dem Schlusse gekommen, dass die in den verschiedenen Lehr- und Handbüchern der Harnanalyse in Vorschlag gebrachten Methoden den angeführten Bedingungen nicht entsprechen. Pribram und Gregor (l. c.) haben daher ein neues Verfahren ausgearbeitet, nach welchem das lästige und zeitraubende Eindampfen und Veraschen des Harns dadurch ganz umgangen

1) Zeitschrift für analyt. Chemie, Bd. 15, S. 37.

2) Ebenda, Bd. 38, S. 401 (1899).

wird, dass man die organische Substanz desselben in der Siedehitze und bei Gegenwart von verdünnter Schwefelsäure mit kaliumfreiem Baryumpermanganat zerstört.

Eine directe Bestimmungsmethode des Kaliums im Harn hat Heintz¹⁾ angegeben, nach welcher der Harn, ohne vorherige Concentration, direct mit Platinchloridchlorwasserstoffsäure und dem dreifachen Volumen einer Mischung aus Alkohol und Aether ausgefällt wird. Pribram und Gregor, welche die Heintz'sche Methode der Kaliumbestimmung auf ihre Genauigkeit geprüft haben, geben an, dass dieselbe viel zu geringe Werthe für Kalium liefere, selbst wenn man mit einem grossen Ueberschuss von Platinchlorid arbeitet: sie erklären daher das Heintz'sche Verfahren als durchaus ungeeignet für die Kaliumbestimmung im Harn, ganz abgesehen davon, dass hierbei verhältnissmässig viel von dem immerhin theuren Reagens verbraucht werde.

Dé Koninck²⁾ hat schon vor 20 Jahren eine Lösung von Natriumkobaltinitrit $[\text{Co}(\text{NO}_2)_6\text{Na}_3]$ als Reagens auf Kalium empfohlen; das Gleiche geschah kurz darauf von C. O. Curtman,³⁾ der besonders hervorhob, dass durch Natriumkobaltinitrit, Lithium, Baryum, Strontium, Calcium und Magnesium nicht gefällt werden, so dass man Kalium in Gegenwart dieser Metalle direct nachweisen könne. Ferner weist Curtman darauf hin, dass die Reaction mit Natriumkobaltinitrit in gleicher Weise eintrete bei schwefelsaurem, phosphorsaurem, salpetersaurem, essigsäurem und chlorwasserstoffsäurem Kalium, während das Vorhandensein von Jodwasserstoff vermieden werden müsse, da die eintretende Ausscheidung des Jods die Erkennung des gelben Niederschlags erschwere, überhaupt die Reaction störe. — Auffallender Weise hat die schöne Entdeckung de Koninck's bei den Analytikern viele Jahre hindurch nicht die genügende Würdigung gefunden und erst in den letzten drei Jahren haben sich die Chemiker eingehender

¹⁾ Poggendorff's Annalen, Bd. 66, S. 133; sowie J. Munk, Virchow's Archiv, Bd. 69, S. 364.

²⁾ Zeitschrift f. analyt. Chemie, Bd. 20, S. 390 (1881).

³⁾ Berichte d. deutsch. chem. Ges., Bd. 14, S. 1951 (1881).

mit dieser Kaliumreaction befasst, auf die ausserordentlich grosse Empfindlichkeit derselben hingewiesen und weiterhin gefunden, dass sich das Kaliumnatriumkobaltinitrit vorzüglich zur quantitativen Abscheidung, selbst von Spuren Kalium neben viel Natrium, Calcium und Magnesium eigne.

Einar Bjilmann¹⁾ hat besonders eingehende Versuche über die Empfindlichkeit dieser Kaliumprobe angestellt und nachgewiesen, dass in einer Lösung von einem Theil Chlorkalium in 27 568 Theilen zweifach normaler Chlornatriumlösung nach einer halben Stunde noch ein deutlicher gelber Niederschlag mit dem Kobaltreagens entsteht. Die Menge der gleichzeitig anwesenden Natriumsalze ist ohne nachweisbaren Einfluss auf die Empfindlichkeit der Reaction. Bei einem derartigen Versuche ist zum Beispiel die Gesamtmenge des Chlorkaliums 0,000373 g, nur 0,0345% der gleichzeitig anwesenden Menge Chlornatrium gewesen, oder, wie es übersichtlicher ausgedrückt werden kann: es ist hier in einer ungefähr 10%igen Salzlösung 1 Aequivalent Kalium neben 1000 Aequivalenten Natrium nachgewiesen worden.

Karl Gilbert²⁾ lenkte in einer ausführlichen und sehr beachtenswerthen Arbeit ebenfalls die Aufmerksamkeit auf die grosse Empfindlichkeit der von de Koninck angegebenen Reaction auf Kalium: Gilbert war wohl auch der erste, der diese Probe zur quantitativen Abscheidung des Kaliums aus Salzgemischen benutzte, der aber auch darauf hinwies, dass die gelbe Verbindung, die sich beim Zusammenbringen eines Kaliumsalzes mit der Lösung von Natriumkobaltinitrit bildet — von ihm *Kobaltgelb* genannt — eine wechselnde Zusammensetzung habe und stets natriumhaltig erhalten werde. Während dem sogenannten Fischer'schen Salz, erhalten aus einem Kobaltsalz mit Kaliumnitrit und Essigsäure, die constante Zusammensetzung $[\text{Co NO}_2)_6\text{K}_3]$ mit freilich wechselnden Mengen Krystallwasser zukommt, muss man dem Kobaltgelb den Ausdruck $[\text{Co NO}_2)_6 (\text{Na}_x\text{K}_y)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}]$ geben:

1) Zeitschrift f. analyt. Chemie, Bd. 39, S. 284 (1900).

2) Inaugural-Dissertation der Eberhard-Karl-Universität Tübingen 1898.

da das letztere also keine constante Zusammensetzung zeigt, indem darin Kalium und Natrium stets in wechselnden Mengen vorhanden sind, so kann man natürlich das Kalium nicht als Kobaltgelb zur Wägung bringen, wohl aber diese Verbindung als Zwischenstufe bei der Bestimmung des Kaliums in Salzgemischen sehr gut gebrauchen. Der Umstand, dass sich nach dieser Methode das Kalium auch quantitativ aus einer Lösung abscheiden lässt, die reich ist an Natrium, Calcium und Magnesium, macht dieselbe besonders werthvoll. F. H. van Leent¹⁾ hat nach dem Gilbert'schen Verfahren im Seewasser, das eine geringe Menge Kalium neben viel grösseren Mengen der angeführten Metalle enthält, mit gutem Erfolg das Kalium bestimmt. Auch van Leent kommt wie Gilbert zu dem Schluss, dass die quantitative Abscheidung des Kaliums als Kobaltgelb von grossem Vortheil und sehr zweckentsprechend ist in den Fällen, wo es gilt, die Bestimmung in zusammengesetzten Salzgemischen auszuführen und speciell, wenn die Menge des Kaliums im Verhältniss zum Natrium so gering ist, dass eine directe Anwendung der Platinchlorid- oder Ueberchlorsäuremethode nicht möglich ist.

Aehnliche Verhältnisse liegen im normalen menschlichen Harn vor, in dem ja auch Kalium neben Natrium, Calcium, Magnesium und geringen Mengen von Ammoniumsalzen zu bestimmen ist. Wir haben das Gilbert'sche Verfahren der Abscheidung und Bestimmung des Kaliums für den Harn ausgearbeitet und hierbei dieselben günstigen Resultate erzielt, wie van Leent bei seinen Bestimmungen des Kaliums im Seewasser. Dieses Verfahren zeichnet sich nicht nur durch eine grosse Genauigkeit, sondern besonders auch dadurch aus, dass es selbst von dem im chemischen Arbeiten minder Geübten leicht und rasch ausgeführt werden kann. Wenn man einmal den Niederschlag von Kobaltgelb, den man freilich zweckmässig über Nacht absitzen lässt, in Händen und abfiltrirt hat, so kann die Bestimmung des Kaliums als überchlorsaures Salz (ClO_4K) bequem in 3 Stunden beendigt sein, während die bisher gebräuchlichen Methoden nicht nur eine gewisse

¹⁾ Zeitschrift f. analyt. Chemie, Bd. 40, S. 567 (1901).

manuelle Fertigkeit im chemischen Arbeiten, sondern auch sehr viel Zeit, selbst mehrere Tage, in Anspruch nehmen. Zu Gunsten der bisher gebräuchlichen Methoden, mit Ausnahme der Heintz'schen, spricht freilich die Thatsache, dass nach denselben Kalium und Natrium zusammen bestimmt werden können. In vielen Fällen wird aber schon die alleinige Bestimmung des Kaliums im Harn genügen und von einem gewissen Interesse sein. Das Kobaltreagens, also die Lösung des Natriumcobaltinitrits, haben wir nach der Vorschrift dargestellt, die Erdmann in seiner Anorganischen Chemie (1898, Seite 630) gibt.¹⁾ Nach derselben werden 30 g krystallisiertes Kobaltnitrat in 60 ccm Wasser gelöst, mit 100 ccm einer concentrirten Natriumnitritlösung (entsprechend 50 g NO_2Na) gemischt und 10 ccm Eisessig zugegeben. Nach einigen Secunden beginnt eine lebhaft entwickelte Entwicklung von farblosem Stickoxydgas und das Kobalt geht in die dreiwertige Form über, was sich an der Farbenänderung der Lösung erkennen lässt. Da das käufliche Natriumnitrit meist eine Spur Kali enthält, setzt das Reagens beim Stehen über Nacht gewöhnlich ein wenig eines gelben Niederschlages ab, von dem dann abfiltrirt wird. Die so erhaltene 15fach normale Lösung kann zum Verbrauch verdünnt werden. Diese Lösung ist nicht so veränderlich, wie vielfach angenommen wird, und lässt sich wenigstens 3 Wochen lang, ja länger, aufbewahren, so dass sie noch als Fällungsmittel für Kalium verwendet werden kann. Jeder menschliche Harn, normaler wie patho-

1) K. Gilbert verwendet zu den Kaliumfällungen ein verdünnteres Reagens, das er in der folgenden Weise bereitet: 10 g krystallisiertes essigsaures Kobalt und 90 g kaliumfreies Natriumnitrit werden in Wasser gelöst, dann 25 ccm Essigsäure von 1,04 sp. Gew. zugesetzt und mit Wasser zu 1 Liter verdünnt. — Auch dieses Reagens ist in wohl verschlossenen Gefässen einige Monate haltbar, doch ist es zweckmässiger, dasselbe zum Gebrauche aus zwei vorrätzig gehaltenen Lösungen frisch zu bereiten, von denen die eine 20 g essigsaures Kobalt und 50 ccm Essigsäure, die andere 180 g salpetrigsaures Natrium im Liter enthält. Zum Gebrauche mischt man gleiche Volumina dieser Lösungen. — Von diesem verdünnteren Kobaltreagens muss man 20 bis 30 ccm auf 50 ccm Harn nehmen.

logischer, gibt mit dem Kobaltreagens einen mehr oder weniger reichlichen gelben Niederschlag. Die quantitative Bestimmung des Kaliums führen wir in der folgenden Weise aus.

Man versetzt 50 ccm des filtrirten Harns mit 6 bis 10 ccm des nicht verdünnten Kobaltreagens, schüttelt gut durch und lässt 6 bis 8 Stunden, am besten über Nacht, absitzen, dann bringt man den entstandenen Niederschlag von «Kobaltgelb» auf ein nicht zu kleines, aschenfreies Filter, spült ihn mit 40 bis 60 ccm kalten Wassers, das mit einigen Cubikcentimetern Kobaltreagens versetzt ist, aus und trocknet ihn im Luftbad bei 110—120°. Ein vollständiges Auswaschen des gelben Niederschlages ist nicht nöthig, da er ja als solches nicht zur Wägung gelangt. Den trockenen Niederschlag löst man möglichst vollständig vom Filter los, was durch Aneinanderreihen der Filterflächen oder mit Hülfe einer Federfahne meist leicht gelingt, bringt ihn in eine flache Porcellanschale, verascht das Filter im Platintiegel oder auf einem Platindeckel, zieht die Asche mit heissem Wasser aus und bringt die filtrirte Lösung zum Niederschlag: nun lässt man tropfenweise etwa 10 ccm einer 25%igen Salzsäure zufließen und erhitzt das Schälchen auf dem Wasserbade gelinde. Hierbei geht der Niederschlag mit tiefblauer Farbe in Lösung. Die Salzsäure muss allmählich und in kleinen Portionen zum Niederschlag gebracht, ebenso darf nur gelinde erwärmt werden, weil während des Lösungsvorganges meist ein starkes Aufschäumen eintritt und in Folge dessen bei unvorsichtigem Arbeiten durch Herausspritzen von Flüssigkeit leicht ein Verlust an Substanz eintreten könnte. Um ein Verspritzen bei der Zersetzung des Nitrits durch Salzsäure sicher zu vermeiden, bedeckt man das Porcellanschälchen am besten mit einem Uhrglas. Die erhaltene blaue, salzsaure Lösung dampft man auf dem Wasserbade zur staubigen Trockne ein, übergießt den Rückstand mit etwas Wasser, dann mit 10 ccm einer 18%igen Ueberchlorsäure.¹⁾ rührt gut durch,

¹⁾ Eine reine Ueberchlorsäure von der Dichte 1.12 kann von E. Merck in Darmstadt bezogen werden.

dampft wiederum auf dem Wasserbad ein und erhitzt darauf noch so lange, bis reichlich weisse Nebel von Ueberchlorsäure auftreten und der Rückstand staubtrocken ist. Das trockene Gemenge der Perchlorate wird alsdann nach einer von Wense¹⁾ angegebenen Vorschrift mit etwa 10 ccm eines 96°-igen Alkohols, der 0,2% Ueberchlorsäure enthält, gut durchgerührt. Die Perchlorate von Natrium und Kobalt gehen hierbei in Lösung, während das Kaliumperchlorat (ClO_4K) ungelöst bleibt: dieses wird in einem Goochtiiegel, dessen Asbestpolster eine nicht zu dünne Schicht bilden darf, gesammelt, erst mit einigen Cubikcentimetern überchlorsäurehaltigem Alkohol, dann aber mit einer Mischung aus gleichen Theilen Alkohol und Aether so lange ausgewaschen, bis eine Probe des Filtrates beim Eindunsten im Uhrsälchen kaum einen Rückstand mehr zurücklässt. Der Goochtiiegel mit dem Kaliumperchlorat wird schliesslich im Luftbad bei 120 bis 130° bis zum constanten Gewicht getrocknet.

Es liegt die Vermuthung nahe, dass das aus dem Harn erhältliche Kobaltgelb stark ammoniakhaltig sein wird, da auch Ammoniumsalze durch das Kobaltreagens ausgefällt werden. Dies ist aber keineswegs der Fall; wir haben den aus normalem Harn erhaltenen Niederschlag von Kobaltgelb wiederholt untersucht und in demselben nicht mehr als Spuren von Ammoniak nachweisen können. Dies hängt wohl damit zusammen, dass der normale menschliche Harn nur geringe Mengen von Ammoniumsalzen enthält, dann besonders auch damit, dass die dem Kobaltgelb entsprechende Ammoniumverbindung in Wasser bei Weitem löslicher ist, als jenes. Aber selbst wenn sich mehr als Spuren der Ammoniumverbindung dem Kobaltgelb beimengen sollten, so beeinflussen diese das Endresultat durchaus nicht, wenn das Kalium nach der Ueberchlorsäuremethode bestimmt wird, da das Ammoniumperchlorat in Alkohol reichlich aufgenommen wird. Wie uns ein einfacher Versuch gezeigt hat, wird 0,1 g trockenes Ammoniumperchlorat von 5 ccm des überchlorsäurehaltigen Alkohols innerhalb einiger Minuten gelöst.

¹⁾ Zeitschr. f. angewandte Chem. 1891. 691.

Die dem Kaliumperchlorat entsprechende Menge Kalium erfährt man, wenn man das Gewicht des erhaltenen Perchlorates mit **0,28247** multiplicirt:

$$\frac{\text{K}}{\text{ClO}_4\text{K}} = \frac{39,15}{138,6} = 0,28247.$$

Bevor wir zu den Bestimmungen des Kaliums im Harn übergegangen sind, haben wir uns selbst von der Genauigkeit des beschriebenen Verfahrens dadurch überzeugt, dass wir in reinem Chlorkalium, in einer bekannten Mischung von Chlor-natrium und Chlorkalium, wie auch im Magnesiumkaliumsulfat $[(\text{SO}_4)_2\text{MgK}_2 + 6\text{H}_2\text{O}]$ das Kalium als Kobaltgelb zur Abscheidung und als Kaliumperchlorat zur Wägung gebracht haben.

1. Kaliumchlorid.

0,665 g Substanz gaben 0,123 g ClO_4K .

Procente. Ber.: K 52,35

Gef.: K 52,23.

2. Mischung aus 3 Theilen Kalium- und 2 Theilen Natriumchlorid.

0,3485 g Substanz gaben 0,3935 g ClO_4K .

0,8478 g Substanz gaben 0,951 g ClO_4K .

Procente: Ber.: K 31,47.

Gef.: K 31,86, 31,61

3. Magnesiumkaliumsulfat.

Procente. Ber.: K 19,4.

Gef.: K 19,10.

Wir können demjenigen, der diese Methode der Kaliumabscheidung und -Bestimmung zum ersten Male ausführt, dringend empfehlen, sich in dieser Weise, wie wir es gethan haben, auf die Methode einzuarbeiten, um sich selbst von der Genauigkeit derselben zu überzeugen.

Versuche mit Harn.

In 3 Portionen eines normalen Harns von je 50 cem wurde in der angegebenen Weise das Kalium bestimmt und hierbei gewogen:

1. 0,397 g $\text{ClO}_4\text{K} = 0,11214$ g Kalium.

2. 0,386 „ „ = 0,1092 „ „

3. 0,405 „ „ = 0,1144 „ „

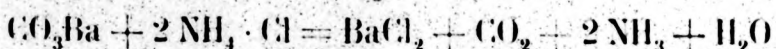
Es wurden also in je 50 cem ein und desselben Harns 112, bezw. 109, bezw. 114 mg Kalium gefunden. Hieraus geht aber deutlich hervor, dass nach unserem Verfahren unter sich gut übereinstimmende Werthe für Kalium erhalten werden. Wir haben die gesammelten Filtrate von Kobaltgelb wiederholt zur Trockene eingedampft, die Rückstände gegläht, dann mit heissem Wasser ausgezogen. Alle diese Auszüge blieben zunächst mit dem Kobaltreagens vollkommen klar, nur in einem Falle hatte sich bei längerem Stehen ein ganz geringer gelber Niederschlag gebildet. Verdünntere und kaliarme Harnen, wie ja die meisten diabetischen sind, werden vor dem Zusatz des Kobaltreagens zweckmässig auf ein kleineres Volumen, $\frac{1}{2}$ bis $\frac{1}{3}$ Volumen, eingedampft.

Um bei derartigen kaliarmen Harnen eine nicht zu kleine Menge von Kaliumperchlorat zur Wägung zu bringen, empfiehlt es sich, 100 cem oder mehr Harn in Arbeit zu nehmen. Eine qualitative Vorprobe mit etwa 10 cem des betreffenden Harns wird in den meisten Fällen erkennen lassen, ob der Harn reichliche Mengen Kalium enthält oder nicht.

Wir haben ferner in einem stark eiweisshaltigen Urin das Kalium sowohl nach unserem Verfahren, als auch nach der Methode von Pribram und Gregor (l. c.) bestimmt. 50 cem dieses Harns wurden direct mit dem Kobaltreagens ausgefällt, ohne dass das Eiweiss vorher entfernt wurde, und hierbei 0,599 g ClO_4K erhalten, was einem Gehalte von 0,17 g Kalium entspricht.

Nach der Methode von Pribram-Gregor wurden auf 50 cem desselben Harns zur Zerstörung der organischen Substanz nicht etwa 20 cem, wie die Autoren angeben, sondern 60 cem einer $10''$ igen Baryumpermanganatlösung verbraucht; aber auch dann war die organische Substanz noch nicht vollständig zerstört, so dass der Verdampfungsrückstand noch mit Schwefelsäure abgeraucht werden musste. Ein Uebelstand, der sich bei dieser Methode recht bemerkbar machte, ist der, dass durch die Operation des Ausfällens der Schwefelsäure mit Chlorbaryumlösung und die der Entfernung des überschüssigen Chlorbaryums mit Ammoniak und kohlensaurem Ammonium

stets, zum Theil erhebliche Mengen von Baryum in Lösung gehen, vermuthlich weil reichlich Ammoniumchlorid in dieser Lösung vorhanden ist und dieses die quantitative Ausfällung des Baryums durch Ammoniumcarbonat verhindert: denn es kann im Sinne der Gleichung



Reaction eintreten und eine geringe Menge Baryum in Lösung gehen. — Um das in Lösung vorhanden gewesene Baryum zu entfernen, haben wir die Alkalien nicht, wie Pribram und Gregor vorschreiben, als Chloride gewogen, sondern diese mit etwas Schwefelsäure abgeraucht und als Sulfate zur Wägung gebracht. Beim Versetzen des geglühten Sulfatrückstandes mit Wasser blieb das Baryumsulfat zurück, das auf einem Filterchen gesammelt, ausgewaschen, geglüht und gewogen wurde. Bei einer solchen Bestimmung wurde einmal 0.031 g SO_4Ba , bei einer zweiten sogar 0.054 g SO_4Ba gewogen. In 50 cem des untersuchten, eiweisshaltigen Harnes wurden nach der Methode von Pribram-Gregor 0.185 g Kalium gefunden, also ungefähr 0.015 g mehr, als nach unserem Verfahren. Es hat sich somit ergeben, dass man auch in einem stark eiweisshaltigen Harn das Kalium direct mit dem Kobaltreagens quantitativ zur Abscheidung bringen kann.

Es mag sein, dass von den Methoden, welche von Bunge, von Salkowski-Munk, von Lehmann und von Pribram-Gregor zur Bestimmung der Alkalien im Harn empfohlen wurden, die letztere vor der ebenso genaue Resultate liefernden Lehmann'schen Methode den Vorzug hat, dass sie in kürzerer Zeit durchführbar ist! Dies geben wenigstens die Entdecker Pribram und Gregor von ihrer Methode an. Aber auch dieses Verfahren scheint uns doch recht zeitraubend zu sein, wenigstens hat uns eine derartige Bestimmung stets 2 bis 3 Tage aufgehalten. Sehr viel Wasser (über 1 Liter) wurde z. B. verbraucht, bis der bei der Oxydation des Harns erhaltene, ziemlich starke «Braunstein-Baryumniederschlag» vollständig chlorfrei gewaschen war: in Folge dessen hat auch das Eindampfen der grossen Flüssigkeitsmenge in einer Platinschale auf dem Wasserbade viel Zeit in Anspruch genommen: ebenso zeitraubend ist die Ver-

flüchtigung des ja in grösserer Menge vorhandenen Ammoniumchlorides, zumal nur ganz schwach geglüht werden darf, wenn man die Alkalien als Chloride zur Wägung bringen will.

Wenn also eine Bestimmung des Kaliums allein im Harn, unabhängig von dem Verhältniss desselben zum gleichzeitig vorhandenen Natrium genügt, so scheint uns, besonders wenn eine ganze Reihe von vergleichenden Bestimmungen zur Ausführung kommen soll, das von uns angegebene Verfahren als das einfachste und bei Weitem am raschesten zum Ziele führende empfehlenswerth zu sein.

Will man übrigens das Kalium nicht als Perchlorat, sondern als Kaliumplatinchlorid (PtCl_6K_2) zur Wägung bringen, so verascht man das vom Kobaltgelbniederschlage möglichst befreite Filter in einem Platintiegel, fügt dann den Niederschlag hinzu und glüht einige Zeit ganz gelinde: das Kobaltgelb wird hierbei zersetzt und beim Auslaugen des Glührückstandes mit heissem Wasser bleibt Kobaltoxyd ungelöst, das man durch ein aschenfreies Doppelfilterchen abfiltrirt. Sollte beim Auswaschen, wie es manchmal vorkommt, das Kobaltoxyd durch die Filter hindurch gehen, so fügt man zum Waschwasser ein wenig Chlornatrium. Die so klar filtrirte Lösung, welche Kalium- und Natriumnitrit enthält, dampft man mit etwa 10 cem concentrirter Salzsäure auf dem Wasserbade ein, nimmt den trockenen Rückstand in heissem Wasser auf und fügt nun etwa 10 cem Platinchloridchlorwasserstoffsäure hinzu. Dann dampft man, wiederum auf dem Wasserbade, zum Syrup ein und durchführt diesen mit 20 bis 30 cem 90%igem Alkohol: das Kaliumplatinchlorid wird schliesslich im gewogenen Gooch-tiegel gesammelt, ausgewaschen und bei 120—130° bis zum constanten Gewicht getrocknet.

Selbstverständlich kann man auch bei der Bestimmung des Kaliums als Perchlorat das getrocknete Kobaltgelb in der angegebenen Weise durch Glühen zersetzen und dann die durch Ausziehen des Glührückstandes mit heissem Wasser erhaltene Nitritlösung nach einander mit Salzsäure und Ueberchlorsäure behandeln.

Wir beabsichtigen, nach unserer Methode auch im Blut, in der Milch und in einigen Organen das Kalium zu bestimmen.