

## 用亞硝酸鈉去銨的微量定鉀法

朱兆良 于天仁

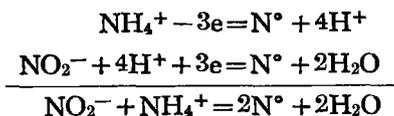
(中國科學院土壤研究所)

在目前所常採用的定鉀法中,如亞硝酸鈉法<sup>[1,4,16]</sup>、磷鉬酸法<sup>[8]</sup>、酒石酸法<sup>[3]</sup>、六-硝基二苯胺法 (Dipicrylamine)<sup>[11]</sup>等,  $\text{NH}_4^+$  離子與沉澱劑生成沉澱, 影響鉀的測定。而一般所用的燒灼去銨法, 不但手續麻煩, 增加操作時間, 且容易引起誤差。較簡便的加  $\text{NaOH}$  蒸發去銨法<sup>[10]</sup>則必需預先將  $\text{Mn}$ ,  $\text{Ca}$ ,  $\text{Mg}$ ,  $\text{Fe}$ ,  $\text{Al}$  等離子除去, 以免發生沉澱。Kolthoff 及 Gorden H. Bendix 用稍微過量的  $\text{MgO}$  去銨<sup>[11]</sup>, 但是這過量的  $\text{MgO}$  仍須過濾除去, 手續上並不簡單。在分析化學上, 有時亦用甲醛 ( $\text{HCHO}$ ), 使與  $\text{NH}_4^+$  離子結合成 Urotropine ( $\text{CH}_2$ )<sub>6</sub> $\text{N}_4$  而不影響鉀的測定<sup>[15]</sup>, 這在土壤中速效性鉀的測定時, 更為常用。但 ( $\text{CH}_2$ )<sub>6</sub> $\text{N}_4$  在酸性溶液中能再行分解成  $\text{NH}_4^+$  及  $\text{HCHO}$ , 其反應式為  $6\text{HCHO} + 4\text{NH}_4^+ \rightleftharpoons (\text{CH}_2)_6\text{N}_4 + 4\text{H} + 6\text{H}_2\text{O}$ , 而沉澱  $\text{K}$  時, 一般都須在酸性溶液中進行, 加速了 ( $\text{CH}_2$ )<sub>6</sub> $\text{N}_4$  的分解, 不能達到去銨的目的。

我們在分析植物中的鉀時, 試用亞硝酸鈉去銨, 然後用硝酸鈉和亞硝酸鈉作沉澱劑<sup>[5,13]</sup>, 蒸至糊狀<sup>[1]</sup>, 在時間上較燒灼去銨法縮短了  $1/3$  以上, 且避免了由於冗長的分析步驟所引起的誤差。

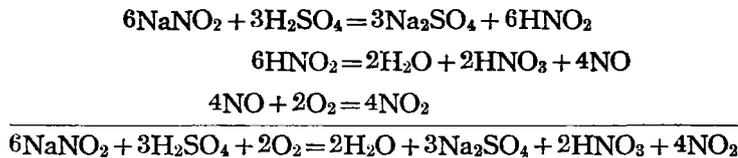
### 一. 方法原理

亞硝酸離子對於銨離子是一個氧化劑, 可以與之起反應而形成游離態氮。在反應過程中,  $\text{NH}_4^+$  (其中  $\text{N}$  為負三價) 失去三個電子, 而  $\text{NO}_2^-$  (其中  $\text{N}$  為正三價) 得到三個電子<sup>[7]</sup>:



另一方面, 在用亞硝酸鈉沉澱鉀的時候, 為了保證溶液中有足量的鈉, 以使

沉澱的組成固定(K:Na=2:1), 需要加入鈉離子。因此, 亞硝酸鈉的加入可以滿足這兩方面的需要。但亞硝酸離子在酸性溶液中可被酸所分解:



從反應式可以看出: (i) 由於  $\text{NaNO}_2$  被酸所分解, 不能全部與  $\text{NH}_4^+$  起反應; (ii)  $\text{NaNO}_2$  本身分解程度受溶液酸度的影響; (iii) 由於  $\text{NaNO}_2$  的分解, 消耗一部分酸, 而使溶液的酸度降低。

因此, 所需加入的亞硝酸鈉量, 應較與  $\text{NH}_4^+$  化合所需的當量為高。為了減少  $\text{NaNO}_2$  的分解, 溶液酸度不宜過高。

在本法所用的植物消化液中去鉍時, 由於亞硝酸鈉本身的分解而消耗了溶液的酸, 使 pH 上升, 而有  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{FePO}_4$ ,  $\text{AlPO}_4$  等膠狀沉澱出現, 影響鉀的沉澱。這種干擾作用可用加檸檬酸的方法除去<sup>[9]</sup>, 因為檸檬酸可與 Al, Fe 等離子形成複離子, 避免膠狀沉澱的產生。

## 二. 分析手續

### (一) 試劑的配製

1. 亞硝酸鈉溶液: 溶解不含鉀的亞硝酸鈉 120 克於 180 毫升水中, 過濾後貯於棕色試劑瓶中。

2. 硝酸鈷溶液: 溶解不含鉀的  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  25 克於 50 毫升水中, 過濾後, 加冰醋酸 12.5 毫升, 塞緊瓶塞。

3. 酒精溶液: 35% (體積)。

4.  $\text{KMnO}_4$  溶液 0.02 N 經常用  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  標定之。

5.  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液 0.01 N 計出與  $\text{KMnO}_4$  的比率, 且常校正之。

6.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1。

7. 檸檬酸溶液: 每毫升溶液含檸檬酸 5 毫克。

8. 植物消化液的製備: 準確地稱植物約 2 克於小三角瓶中, 放一小漏斗, 加  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 毫升,  $\text{HClO}_4$  1 毫升,  $\text{HNO}_3$  15 毫升, 搖勻後在電熱板上徐徐加熱, 勿使氧化氮逸出過快。至有白色濃煙放出時(如液體變黑, 則再加  $\text{HNO}_3$  數毫升,

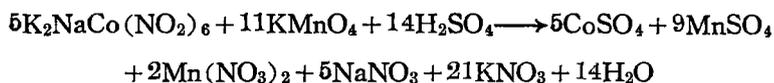
繼續加熱)，加強熱數分鐘以使脫砂，此時所餘液體主要為硫酸，約 1—2 毫升，溶液應呈白色或稻黃色，用水稀釋，過濾，用稀 HCl(1:10) 洗滌，準確地稀釋到 100 毫升。溶液亦可作 Ca, Mg, Mn, P 等元素測定之用。

## (二) 分析步驟

取植物消化液 5 毫升於 50 毫升燒杯中，加檸檬酸溶液 1 毫升（這時溶液的酸度約為 0.15N），加入 NaNO<sub>2</sub> 溶液 1.5 毫升，用玻棒攪勻，蓋好表面玻璃，置於低溫電熱板上加熱至 60°C 左右，用玻棒微微攪動（勿將表面玻璃取下），保持此溫度至棕色的 NO<sub>2</sub> 氣體不發生為止。用少量蒸餾水將表面玻璃及杯壁上的液體洗入燒杯內，取去表面玻璃，低溫蒸發至約 3 毫升，取下，置於水浴鍋上，待燒杯內的溫度達於水浴鍋的溫度（約須一分鐘），此時燒杯內溶液應該澄清，若渾濁不清，則再加入檸檬酸溶液 0.5 毫升，攪動，最後調整溶液體積至約 3 毫升，加入醋酸 2 滴，Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 溶液 0.5 毫升，然後滴加 NaNO<sub>2</sub> 溶液 1.5 毫升，隨加隨攪，加完後再繼續攪拌至黃色沉澱產生（當鉀量較少時，不能立刻產生沉澱，此時只需攪至無氣泡發生為止）。在水浴鍋上蒸發至糊狀（接近糊狀時，液體表面凝結一層結晶，應時常攪動），取下放冷後，加蒸餾水約 3 毫升，攪動使過量的試劑溶解。若過量試劑未全部溶解，在過濾時可見到紅色的細小結晶用鋪有石棉的微量漏斗抽氣過濾，用 35% 酒精溶液洗燒杯約三次，每次約 1—2 毫升，然後用每次約 1 毫升蒸餾水洗燒杯約三次，將酒精完全洗去，再用水洗漏斗一次，或用過濾棒過濾<sup>[1]</sup>。將沉澱連同石棉移入原燒杯內，加水最多 30 毫升左右（視所需用的 KMnO<sub>4</sub> 體積而定，使滴定的最後體積不超過 45 毫升左右，不低於 30 毫升左右），根據沉澱的多少加入適量的 KMnO<sub>4</sub> 液，再加 1:1 的 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 毫升，迅速加熱至 80°C 以上（勿使沸騰），取下微加攪動，使漂於液面及黏於杯壁的沉澱全部被 KMnO<sub>4</sub> 氧化。在加熱過程中，若紫色有全退的跡象，應即再加入少量 KMnO<sub>4</sub>。由微量滴定管加一定量的 H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 溶液，使紫色退去，再用 KMnO<sub>4</sub> 完成滴定，滴定溫度應在 80°C 左右。

## (三) 計算

滴定反應式如下



即 10K 消耗 11KMnO<sub>4</sub>，因此可算出每 1 毫升 0.01NKMnO<sub>4</sub> ≡ 0.071 毫克 K。

設

$V = \text{KMnO}_4$  總用量(毫升),  $V' = \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  用量(毫升),

$r =$  每 1 毫升  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  相當於  $\text{KMnO}_4$  的毫升數,

$N = \text{KMnO}_4$  的濃度,

$$\text{則 } K (\text{毫克}) = (V - V'r) \times 0.071 \times \frac{N}{0.01}.$$

### 三. 精 確 度

由於本法採用硝酸鈷及亞硝酸鈉分開加入, 因此測定的精確度與所用試劑的純粹與否有很大的關係。

取已知鉀量的溶液用上述分析方法測定, 結果列於表 1。

表 1 已知 K 量的測定結果

所用 K 量 (毫克)	測得 K 量 (毫克)	絕對誤差 (毫克)	相對誤差 (%)
0.516	0.517	+0.001	+0.2
0.516	0.498	-0.018	-3.5
0.516	0.534	+0.018	+3.5
1.03	1.06	+0.03	+2.9
1.03	1.04	+0.01	+1.0
1.03	1.00	-0.03	-2.9
2.58	2.62	+0.04	+1.6
2.58	2.60	+0.02	+0.8
2.58	2.60	+0.02	+0.8
5.15	5.17	+0.02	+0.4
5.15	5.14	-0.01	-0.2
8.14	8.22	+0.08	+1.0
8.14	8.12	-0.02	-0.3
8.14	8.19	+0.05	+0.6
12.21	12.20	-0.01	-0.1
12.21	12.25	+0.04	+0.3
12.21	11.91	-0.20	-2.5
14.65	14.13	-0.52	-3.6
14.65	14.04	-0.61	-4.2

按  $\text{K}_2\text{NaCo}(\text{NO}_2)_6$  的分子式計算, 0.5 毫升  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  溶液僅能與 15.6 毫克 K 化合。由試驗中可以看出, K 量高達 14 毫克以上時, 沉澱不完全, 故其測定範圍在 0.5—12 毫克之間。絕對誤差一般在  $\pm 0.05$  毫克以下, 相對誤差則隨 K 量之減少而增大, K 量為 0.5 毫克時最大誤差為  $\pm 3.5\%$ , K 量為 2.5 毫克時最大誤差為  $1.5\%$ 。

用上法測定植物中含 K 量與燒灼去鈹而用一般亞硝酸鈷鈉法<sup>[1]</sup>所測得的結果比較列於表 2。

表 2 兩種方法測定植物含鉀量結果的比較(用植物消化液 5 毫升)

植 物	燒灼去鈹, 亞硝酸鈷鈉法 (三個平均值) (毫克)	本方法(毫克)	相 差(毫克)	用本法測得的 平均值(毫克)
苜 蓿	2.57	2.54	-0.03	2.56
		2.54	-0.03	
		2.60	+0.03	
水 稻	1.74	1.73	-0.01	1.75
		1.75	+0.01	
		1.77	+0.03	
燕 麥	0.77	0.79	+0.02	0.80
		0.81	+0.04	
		0.79	+0.02	
大豆及苔子 混合樣品	2.02	2.02	0.00	2.01
		2.00	-0.02	

取上述植物消化液 5 毫升, 加入一定量的鉀, 其測出百分率列於表 3。

表 3 植物中加入標準鉀的測出百分率

植 物	加入鉀量(毫克)	測得鉀量(毫克)	測出的加入鉀量 (毫克)	測 出 百 分 率 (recovery)(%)
苜 蓿	2.58	5.16	2.60	100.8
	2.58	5.24	2.68	103.8
	2.58	5.20	2.64	102.3
水 稻	2.58	4.34	2.59	100.4
	2.58	4.32	2.57	99.6
	2.58	4.31	2.56	99.2
苔子與大豆 混合樣品	2.58	4.64	2.63	101.9
	2.58	4.57	2.56	99.2
	2.58	4.58	2.57	99.6

由上述結果可以看出, 用本法測定植物中的含鉀量時, 其結果與用灼燒去鈹亞硝酸鈷鈉法相符, 而加入一定量的鉀後, 其測出百分率一般也在 2% 的誤差範圍內。同時也可證明, 植物中的 Fe, Al, Ca, Mg, P 對結果沒有影響。這一點與 Кадеп<sup>[4]</sup>及 Котряров<sup>[6]</sup>的結果相符。

## 四. 討 論

1. 亞硝酸鈉去銨時的條件及用量 用亞硝酸鈉去銨時, 由於其自身被酸所分解, 故用量應較與銨化合所需的當量為高, 此點與試驗結果相符。

試驗方法如下: 取水稻消化液 5 毫升, 加入檸檬酸溶液 1 毫升, 其總酸度約為 0.15N, 加入一定量的標準  $\text{NH}_4^+$ , 加入  $\text{NaNO}_2$  溶液 1.5 毫升, 攪拌, 溫熱, 至棕色二氧化氮氣體 (所形成的 NO 立即被空氣氧化而生成) 不再發生為止。取其一滴於白磁板上, 加一滴奈氏試劑 (Nessler reagent), 若不產生黃色, 即表示無  $\text{NH}_4^+$  離子存在。

結果為  $\text{NaNO}_2$  溶液 1.5 毫升在酸度為 0.15N 時, 能逐去  $\text{NH}_4^+$  離子 8 毫克。

取草決明消化液 5 毫升 (含  $\text{NH}_4^+$  0.25 毫克), 按上項試驗同樣處理, 唯不再另加入  $\text{NH}_4^+$ , 需用  $\text{NaNO}_2$  1.1 毫升始能將  $\text{NH}_4^+$  完全除去。

與上述試驗方法相同, 唯以不同酸度的 HCl 溶液 5 毫升代替植物消化液, 加入 8 毫克銨, 其酸度由中性至 0.5N 不等, 結果為酸度愈高, 氣泡發生愈快, 逐銨速度也愈快。在 pH 為 7 的溶液中, 需將溶液蒸至近乾方能將銨完全逐去, 此時銨量雖高達 20 毫克時, 仍能逐去。

亞硝酸在強酸性溶液中分解很快, 因此在逐  $\text{NH}_4^+$  時, 酸度不宜過強。植物消化液的酸度視消化時所加的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  的量和最後的強熱時間及洗液的 HCl 濃度而定, 約為 0.1N—0.5N。如酸度過高, 應適當地中和之。

但如亞硝酸鈉用量超過 1.5 毫升時, 則使測定結果變高。

表 4 亞硝酸鈉用量對測定結果的影響

逐 $\text{NH}_4^+$ 時加入 亞硝酸鈉量(毫升)	加入 K 量(毫克)	測得 K 量(毫克)	誤 差 (%)
1.5	2.60	2.60	0
1.5	2.60	2.63	+1.2
1.5	2.60	2.60	0
2.00	2.60	2.66	+2.3
2.00	2.60	2.66	+2.3
2.00	2.60	2.66	+2.3
3.00	2.60	2.68	+3.1
3.00	2.60	2.66	+2.3
3.00	2.60	2.71	+4.2

用前法分解植物時，每 5 毫升消化液含  $\text{NH}_4^+$  量一般在 0.5 毫克以下。爲了保證所加入的  $\text{NaNO}_2$  能將銨完全去除，並使溶液中有足量的鈉離子以使沉澱成分穩定而又不致影響結果變高起見，故採用 1.5 毫升(約相當於 1 克)。

2. 檸檬酸用量 根據 Curtmann 及 Dubin 的結果<sup>[9]</sup>計算，5 毫升消化液加入檸檬酸 5 毫克時，可使 4 毫克  $\text{Al}^{+++}$  或 7 毫克  $\text{Fe}^{+++}$  在  $\text{NH}_4\text{OH}$  鹼性溶液中不產生沉澱，而一般植物消化液 5 毫升中  $\text{Fe}^{+++}$ ， $\text{Al}^{+++}$  的含量都不致超過這個數值(除非在收割植物時有大量土壤混雜)。因此，5 毫克檸檬酸用量已足夠使  $\text{Fe}^{+++}$  及  $\text{Al}^{+++}$  不致形成沉澱，影響鉀的測定。

在本法中，所加入的少量檸檬酸對於測定結果沒有影響，我們曾加入 8 毫克檸檬酸，對測定仍無影響。

3. 沉澱劑的加入方式對測定結果的影響 一般所採用的亞硝酸鈉法中，都將硝酸鈉及亞硝酸鈉預先按一定比例混合<sup>[1]</sup>，或直接取結晶亞硝酸鈉配製成溶液<sup>[16]</sup>，然後用作 K 的沉澱劑，沉澱時試液中的 Na, K 分子比率保持 25 以上，以使沉澱中的 Na 與 K 之比達到 1:2<sup>[12,14]</sup>。

我們用標準 K 液加入不同量的  $\text{NaNO}_2$ ，然後按蒸乾方法<sup>[1]</sup>測定，其結果列於表 5。

表 5 亞硝酸鈉加入量對測定結果的影響(亞硝酸鈉作沉澱劑)

加入 K 量 (毫克)	$\text{NaNO}_2$ (毫升)	測得 K 量 (毫克)	誤差 (%)
2.58	0.5	2.63	+ 1.9
2.58	0.5	2.64	+ 2.3
2.58	0.5	2.63	+ 1.9
2.58	1.0	2.69	+ 4.2
2.58	1.0	2.69	+ 4.2
2.58	2.0	2.85	+10.5
2.58	2.0	2.74	+ 6.2
2.58	2.0	2.78	+ 7.8

由表 4 及表 5 可以看出，直接加入亞硝酸鈉試劑的測定結果與將硝酸鈉及亞硝酸鈉先後分別加入的測定結果相差甚大。前者在逐  $\text{NH}_4^+$  時加入  $\text{NaNO}_2$  爲 1.0 毫升(約爲 0.6 克)時，誤差已達 +4%；而後者逐  $\text{NH}_4^+$  時加入的  $\text{NaNO}_2$  量達 2.0 毫升(約爲 1.2 克)時，誤差僅 +2.3%。

試驗證明，在未加入  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  溶液以前，逐  $\text{NH}_4^+$  時所加入的過量  $\text{NaNO}_2$

應使之完全分解，否則測定結果將要增高。

檢驗過量的  $\text{NaNO}_2$  是否已經完全分解，可加入兩滴  $\text{HAc}$ ，蓋上表面玻璃，微熱之，若見棕色氣體發生，是為  $\text{NaNO}_2$  存在之證，應即再加入數滴  $\text{HAc}$ ，加熱至棕色氣體不再發生為止。此時所加入之數滴  $\text{HAc}$  對於測定結果無影響。

#### 4. 加沉澱劑時試液體積對於測定結果的影響 試驗結果列於表 6。

表 6 沉澱時試液體積對測定結果的影響

沉澱時體積(毫升)	加入 K 量 (毫克)	測得 K 量 (毫克)	誤差 (%)
1	2.60	2.60	0
1	2.60	2.65	+1.9
1	2.60	2.68	+3.1
3	2.60	2.62	+0.77
3	2.60	2.60	0
3	2.60	2.60	0
6	2.60	2.63	+1.2
6	2.60	2.53	-2.7
10	2.60	2.67	+2.7

由表 6 可以看出，沉澱時的體積在 1—10 毫升範圍內，對於測定結果無顯著影響。

由於沉澱時體積的不同，沉澱的顏色亦有所不同；體積由 1 增至 10 毫升時，沉澱的顏色由淡黃色逐漸加深至淺棕黃色，但對測定結果無顯著影響。

#### 5. 注意事項

(1) 蒸發至漿糊狀時，應隨時加以攪拌，以免由於表面一層蒸乾而使結果增高。同時亦不宜蒸至過乾，以放冷後不凝結成塊為度。

(2) 蒸至糊狀取下放冷後，最好隨即過濾，以免吸收空氣中的氨使結果增高。若必需放置時，應置於空的乾燥器中，以與空氣隔絕。

(3) 沉澱經過濾洗滌以後，應即進行滴定，以免亞硝酸鉍鉀鈉沉澱被空氣氧化，使測定結果降低。

(4) 過濾漏斗上石綿的鋪法——在微量漏斗（直徑約 2—3 厘米）的頸部先塞一小團玻璃綿，然後傾入用  $\text{KMnO}_4$  及  $\text{HCl}$  處理過的石綿懸液，用蒸餾水沖洗數次，所鋪石綿不宜過厚，以沉澱不透過為度（約 1 毫米）。大量的石綿使滴定終點的確定發生困難。

(5)  $\text{KMnO}_4$  在熱酸性溶液中容易分解，攪動過劇時分解更快，因此盛有  $\text{KMnO}_4$  及沉澱的燒杯應迅速使溫度上升，避免加熱時間過長及劇烈的攪動。 $\text{KMnO}_4$  不再退色時，其過量度應約為 0.02N  $\text{KMnO}_4$  1—2 毫升，大量的  $\text{KMnO}_4$  在熱情況下自行分解，產生黑色或棕色  $\text{MnO}_2$ ，使  $\text{KMnO}_4$  用量增加。若不足 1 毫升時，溶液中  $\text{NO}_2^-$  有被空氣氧化之弊。

## 五. 結 論

1. 在測定植物中的鉀以前，如欲簡化去鉍手續，就必須從避免灼燒和過濾二步着手；另一方面，所加的試劑又需不致影響鉀的測定。亞硝酸根是一個氧化劑，能將鉍根氧化為游離態氮。在一般用亞硝酸鈉法定鉀的時候，為了保持溶液中鈉離子與鉀離子的比例超過一定數值以得到固定組成的沉澱起見，往往加入氯化鈉以增加鈉離子的濃度。亞硝酸鈉的作用，應該符合這兩方面的需要。本試驗證明，這種推斷是可能的，亞硝酸鈉是可以作為測定鉀前的去鉍劑的。

2. 用亞硝酸鈉去鉍的時候，由於 pH 值上升，而有 Fe 等沉澱發生。加入檸檬酸後，由於複離子的形成，可避免這種現象，所加入的檸檬酸也不影響鉀的沉澱。

3. 用本法除去鉍，然後沉澱鉀，由於省去了灼燒和過濾的手續，而使分析時間縮短了  $\frac{1}{3}$  以上。在植物消化液中，由於鉍量很少，本法是可以採用的。

## 參 考 文 獻

- [1] 于天仁、蕭克謙、姚文華，1953. 鉀的微量分析法. 土壤學報, 2 (2), 100-103.
- [2] Блок, Н. И., 1952. Качественный химический Анализ. Стр. 511.
- [3] Иевиньш, А. Ф., и Козол, Я. К., 1953. Объемный Метод Определения Калия. *Ж. Анал. Хим.*, 8 (1), 53-55.
- [4] Кадер, Г. М., 1950. Количественные Микрохимические Методы Анализа Некоторых Компонентов Водных и Солевых Вытяжек из Почв. *Труды Почвенного Института им. В. В. Докучаева*. Том. 33, Стр. 300-321.
- [5] Коренман, И. М., 1949. Количественный Микрохимический Анализ. Стр. 89.
- [6] Котряров, Р. В., 1954. Количественное Определение Калия с Помощью  $\text{Na}_2\text{Co}(\text{NO}_2)_6$  Различными Модификациями и Некоторых Ионов на Результат Анализа. *ШОХА* № 1 189-196.
- [7] Петрашень, В. И., 1948. Качественный Химический Анализ. Стр. 161, 459.
- [8] Belcher, R., and Robinson, J. W., 1954. The Determination of Potassium on the Micro-Scale by the Phosphomolybdate Method. *Mikrochimica. Acta.* (1), 49-52.
- [9] Feigl, F., 1949. Chemistry of Specific, Selective and Sensitive Reactions. p. 70.

- [10] Joy, A. B., 1944. Determination of Potassium in Fertilizer Mixtures. Removal of Ammonia and Organic Matter Without Ignition. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 16, 383-384.
- [11] Kolthoff, I. M., and Gordon. H. Bendix, 1939. Determination of Potassium with Hexanitro diphenylamine (Dipicrylamine) Reagent. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 11, 94-98.
- [12] Pierre, J., Van Rysselberge, 1931. Quantitative Determination of Potassium by Sodium Cobaltinitrite Method. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 3, 3-4.
- [13] Piper, C. S., 1947. Soil and Plant Analysis. p. 287.
- [14] Robinson, Rex, J., and Havschildt, James, D., 1940. Potassium-Sodium Cobaltinitrite Precipitate. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 12, 676-677.
- [15] Welcher, 1946. Organic Analytical Reagents. 2nd. Ed. 1, 377.
- [16] Wilcox, L. V., 1937, Determination of Potassium by Means of an Aqueous Solution of Trisodium Cobaltinitrite in the Presence of Nitric Acid *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 9, 136-138.

## МИКРОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛИЯ И УДАЛЕНИЕ АММИАКА НИТРИТНЫМ НАТРИЕМ В РАСТЕНИИ

(Выводы)

До сих пор нет никакого удовлетворительного метода удаления аммиака при определении калия в растении вследствие продолжительности. Наша работа пытается найти новый, простой метод удаления аммиака.

Установлено, что нитритный натрий может служить реактивом для удаления аммиака, окисляющим аммиак при взаимодействии с образованием свободного азота. С другой стороны, для получить осадка натрия-калия кобальтинитрита с постоянным составом, необходимо прибавлять ионы натрия в раствор. Доказано, что после мокрого сжигания растения три-кислотным методом, аммиак, присутствующий в растворе в небольшом количестве, может непосредственно удаляться с помощью нитритного натрия без фильтрования и таким образом не будет влиять последующей операции осаждения калия.

Этим методом можно количественно определить калий в пределах 0.5—12 мг. К с максимальной погрешностью 0.05 мг. К и относительной погрешностью 3.5%.

В работе было приведено много данных иллюстрирующих условия операции.