

eine andere bei  $p_H$  8 durchgeführt. Die Verwendung beider Reagentien zur photometrischen, titrimetrischen und papierchromatographischen Bestimmung einiger Metalle wurde ebenfalls untersucht. — *Ausführung.* Man stellt eine 2 ml-Probe der Metalllösung mit 0,01 m Salpetersäure auf das gewünschte  $p_H$  ein, verdünnt mit Wasser auf 4 ml oder fügt 2 ml eines geeigneten Acetat- oder Ammoniakpuffers zu und versetzt mit 0,5 ml 0,05%iger wäßriger Reagenslösung. Nach kräftigem Schütteln und 5 min Stehen entwickelt sich die Farbe. — *Tüpfelprobe.* Man gibt 1 Tr. 0,05%ige Reagenslösung auf eine weiße Platte, fügt 1 Tr. 0,01 m Salpetersäure oder Puffer und 1 Tr. Testlösung zu, läßt 5 min einwirken und trocknet mit heißer Luft. Für Cu, Ni, Co ist eine Ammoniakatmosphäre zur Farbentwicklung nötig.

<sup>1</sup> Chemist-Analyst 50, 104–105 (1961). Victoria College Cooch Behar, West Bengal (Indien).  
LISELOTT JOHANSEN

**Unithiol (2,3-Dimercaptopropansulfonat Natriumsalz) (I), das mit einer Reihe zweiwertiger Schwermetallionen stabile Chelate bildet<sup>1</sup>,** wird nach Ju I. USATENKO, E. A. KLIMKOVIČ und Ju. M. LOŠKAREV<sup>2</sup> an einer rotierenden Platinelektrode anodisch oxidiert in saurem oder auch alkalischem Medium, so daß eine amperometrische Titration von Schwermetallen mit Unithiollösung möglich ist. Der Grenzstrom von (I) ist bei 0,8–1,0 V der Konzentration von (I) proportional. 1–20 mg Quecksilber in 50 ml werden mit 0,005–0,01 m (I)-Lösung amperometrisch titriert bis zum Anodenstromminimum bei 0,8–1,0 V in 1 n Schwefelsäure oder in Gegenwart von Blei (40–80facher Überschuß gegenüber zu Hg) als Indicator bei  $p_H$  3. Während der Titration bildet sich bei größeren Hg-Konzentrationen ein Niederschlag  $Hg_3(I)_2$ , der sich bei weiterer Reagenszugabe wieder auflöst und die Reaktion im Äquivalenzpunkte entspricht der Bildung eines stabilen Chelates Hg-(I) (mit  $K = 6,5 \cdot 10^{-27}$   $\mu = 0,5$ ) unter gleichzeitiger Abspaltung von zwei Protonen. Fe, Co, Cd, Zn, Ni stören nicht.

<sup>1</sup> VOLF, L. A.: Zavodskaja Laborat. 25, 1438 (1959); 26, 271 (1960). — <sup>2</sup> Ukrain. chim. Ž. 27, 823–827 (1961) [Russisch]. Chem.-technolog. Institut, Dnjepropetrowsk (UdSSR).  
L. SOMMER

**Das Altern von Ammoniummolybdat-Reagens.** H. BUCHWALD<sup>1</sup> beschreibt die physikalische und chemische Untersuchung der Kristalle, die sich im Laufe der Zeit aus sauren Ammoniummolybdatlösungen abscheiden. Aus einer salpetersauren Reagenslösung, die in 900 ml 35 g Ammoniummolybdat enthielt, begannen sich nach 4 Monaten gelbe Kristalle zu entwickeln, gleichgültig, ob die Lösung in Polyäthylenflaschen oder Glasflaschen, ob sie am Tageslicht oder in vollkommener Dunkelheit aufbewahrt wurde. Nach weiteren 2 Monaten fielen auch weiße Kristalle aus, und nach insgesamt 8 Monaten bestand der Bodensatz aus gelben Kristallen, eingebettet in eine Matrix aus feinen weißen Nadeln. Das Kristallgemisch wurde abfiltriert, gewaschen, getrocknet und von Hand in seine beiden Bestandteile zerlegt. Jede Kristallart wurde chemisch analysiert und röntgenographisch (Pulververfahren) untersucht. Es ergab sich, daß die gelben Kristalle Molybdänsäure ( $MoO_3 \cdot 2H_2O$ ) mit einem Gehalt von 1,1%  $NH_4^+$  und die weißen Nadeln Ammoniumtetramolybdat  $[(NH_4)_2Mo_4O_{26}]$  waren. Die Gelbfärbung der Reagenslösung, die beim Aufbewahren in einer Glasflasche am Tageslicht nach einigen Monaten auftrat, führt der Verf. auf Silicatspuren zurück, die aus dem Glasgefäß herausgelöst wurden. Lösungen, die in Polyäthylenflaschen aufbewahrt werden und < 20 g/l Ammoniummolybdat enthalten, sollen über viele Monate klar und farblos bleiben.

<sup>1</sup> Anal. chim. Acta (Amsterdam) 26, 99–100 (1962). The Occupational Hygiene Service, Slough (England).  
D. KLOCKOW