

etwa 10–20 min vollständig ist. Zur Analyse bedarf es einer Eichung der Apparatur, da die Stromausbeute nur bei 22,8% der Theorie liegt. Dieser Wirkfaktor ist jedoch

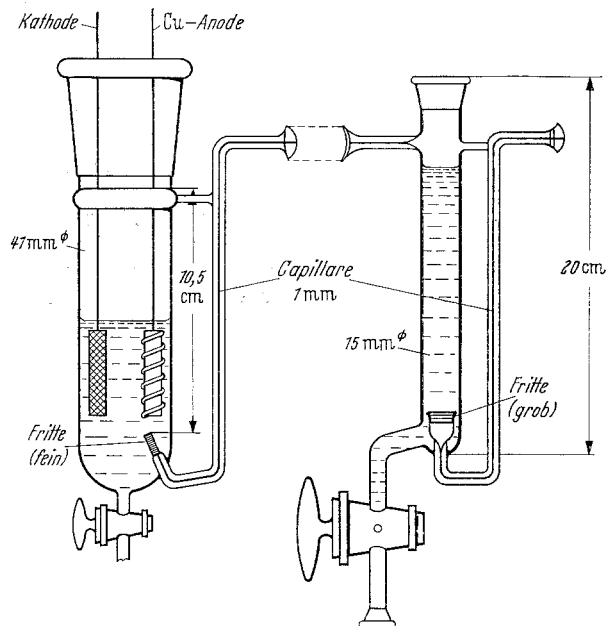


Abb. 1. Reaktionszelle mit Sättiger nach KNAPP

sehr gut reduzierbar, wenn die Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases und die Versuchstemperatur konstant sind und die Sauerstoffmenge mindestens 0,15 ppm beträgt.

<sup>1</sup> *Anal. Chemistry* **31**, 1463–1467 (1959). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA). K. CRUSE

**Zum Nachweis und zur Bestimmung von Peroxogruppen** schlägt H. HARTKAMP<sup>1</sup> die quantitativ und stöchiometrisch verlaufende *Umsetzung der Peroxoverbindungen mit einer schwefelsauren Lösung von Ammonium-[(Pyridin-2,6-dicarboxylato)-dioxo-vanadat(V)]* vor, die z. B. beim *Wasserstoffperoxyd* zum intensiv orangefarbigem (Pyridin-2,6-dicarboxylato)-oxo-peroxy-aquovanadat(V)-anion führt. Diese Reaktion ist für Peroxogruppen spezifisch, wird durch die üblichen Kationen und Anionen nicht gestört und ist etwa ebenso empfindlich wie die Reaktion mit Titanylsulfat. Das Reagens erhält man aus äquimolaren Mengen von Ammoniummonovanadat und Pyridindicarbonsäure. Zur quantitativen Bestimmung von Peroxogruppen mißt man die Extinktion des bei der oben angegebenen Reaktion entstehenden Peroxovanadinkomplexes bei 432 nm; die Meßwerte folgen dem Beerschen Gesetz für Gehalte von  $2 \cdot 10^{-5}$  bis  $2 \cdot 10^{-3}$  Mol  $\text{H}_2\text{O}_2$ /l; sie bleiben lange Zeit konstant. Mit Wasser nicht mischbare Substanzen können entweder mit einer definierten Reagensmenge extrahiert oder nach Zusatz eines Lösungsvermittlers (Methanol, Aceton) mit dem Reagens umgesetzt werden. — Die Reaktion ist auch zum Tüpfelnachweis von Peroxyden geeignet.

<sup>1</sup> *Angew. Chem.* **71**, 651–652 (1959). Inst. Spektrochemie angew. Spektroskopie Dortmund-Aplerbeck, u. Univ. Münster/Westf. H. HARTKAMP