Für die gravimetrische und extraktionsphotometrische Nickelbestimmung in Anwesenheit von Cu eignet sich nach V. M. PEŠKOVA und N. G. IGNAT'eva¹ *1,2-Cycloheptan-diondioxim* als Reagens. Dieses Reagens synthetisiert man nach BANKS². Es ist ähnlich wie Cyclohexandiondioxim in Wasser relativ gut löslich. 3 mg Ni lassen sich mit relativen Fehlern bis zu 3% bei pH 2,7–12,4 gravimetrisch bestimmen. Den in Wasser unlöslichen Ni-Komplex kann man in wenig polare Lösungsmittel extrahieren und das freie Reagens reextrahiert man aus diesen in Wasser bei pH 11–12. Die Lösung des Ni-Komplexes hat Absorptionsmaxima bei 263 nm (molarer Extinktionskoeffizient ist 24575), 330 nm (5300) und 377 nm (41200). — *Methode.* Eine Probe mit 1–5 µg Ni versetzt man mit 1–5 ml 0,02%iger Reagenslösung und stellt pH 5,4–12,7 mit Hilfe von Natriumacetat- oder Ammoniaklösung ein. Nach 1 Std extrahiert man 3mal mit je 5 ml Chloroform, ergänzt auf 25 ml mit Chloroform und photometriert bei der Wellenlänge eines der Absorptionsmaxima. — Das Reagens bildet auch mit Kupfer ein blaues, in Wasser unlösliches Salz, das in Chloroform mit gelber Farbe extrahierbar ist. Der Einfluß von Kupfer läßt sich durch Maskieren mit Thiosulfat oder durch Reextrahieren mit Ammoniak beseitigen. In Anwesenheit von Cu bringt man die Probe auf pH 7–11, versetzt mit 15 ml 20%iger Natriumthiosulfatlösung, fügt nach 15 min das Reagens hinzu und extrahiert. Die Cu-Reste werden aus der Chloroformschicht durch 2maliges Extrahieren mit je 10 ml 1 n Ammoniak entfernt. Dieses Verfahren ermöglicht die Bestimmung von wenigstens 0,04 µg Ni/ml neben dem 1000fachen Kupferüberschuß mit absolutem Fehler 0,01 µg Ni/ml.

¹ Ž. anal. Chim. **17**, 1086–1090 (1962) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lomonosov-Universität, Moskau (UdSSR). — ² BANKS, C. V., W. V. HAAR, and R. C. VOTER: J. Organ. Chemistry **14**, 836 (1949). M. BARTUŠEK

Palladium. Die spektrophotometrische Bestimmung von Palladium(II) mit Xylenorange führte M. OROMO¹ durch. In stark perchlorsaurem Medium reagiert Xylenorange mit Palladium(II), auch in Gegenwart anderer Kationen, unter Bildung eines leuchtend roten Komplexes (2:1), dessen Absorptionsmaximum bei 518 nm liegt. Die Bildungskonstante beträgt $2 \cdot 10^{10}$. Das Beersche Gesetz wird zwischen 0,2 und 4,0 ppm Pd (optimal 0,8–3,2 ppm) befolgt. Bis zu 100 µMol Nitrat, Sulfat, Oxalat, Tartrat oder Citrat stören nicht, während schon geringe Mengen Chlorid, Nitrilotriacetat oder Äthylendiamintetraacetat zum Teil erheblich stören. Die Störung durch Zirkonium kann bei Mengen von <200 µg Zr durch Zusatz von 1–2 ml einer 0,01 m Fluoridlösung beseitigt werden. — *Arbeitsweise.* Zur Probelösung (mit <100 µg Pd) gibt man 7 ml verd. Perchlorsäure (1:1) sowie 2 ml $2 \cdot 10^{-3}$ m Xylenorangefärbung und verdünnt auf etwa 20 ml. Man erhitzt, läßt 2–3 min kochen, kühlt ab, überführt in einen 25 ml-Meßkolben und füllt zur Marke auf. Dann mißt man die Absorption der Lösung bei 518 nm gegen einen Reagentienblindwert (bei einer Temperatur von $25^\circ \pm 0,5^\circ$ C).

¹ Bull. chem. Soc. Japan. **36**, 889–892 (1963). Dept. Chem., Fac. Lit. and Sci., Hirosaki Univ. Bunkyo-chō, Hirosaki (Japan). LISELOTT JOHANSEN

Palladium kann in Anwesenheit großer Mengen anderer Platinmetalle nach A. I. BUSEV und A. NAKU¹ nach Lösungsmittelextraktion photometrisch bestimmt werden. Als Farbreagens dient p-Phenetidid-1-mercaptopropionsäure², zur Extraktion Chloroform. — Arbeitsweise. Zu 15 ml der analysierten Lösung, die 2–140 µg Palladium in 2–3 n Salzsäure enthält, werden 1 ml Reagenslösung (0,1% Lösung der p-Phenetidid-1-mercaptopropionsäure in 95% Äthanol) zugefügt, durch-