α -nitroso- β -naphthol als Fällungsmittel von Palladium.

Von

W. SCHMIDT.

Bei Arbeiten, die sich auf die Untersuchung der einzelnen Platinmetalle erstreckten, wurde gefunden, daß α -nitroso- β -naphthol in einer Auflösung von Palladiumsalzen einen voluminösen rotbraunen Niederschlag erzeugte, während es mit den übrigen Platinmetallen nicht reagierte. Um die Empfindlichkeit des Reagenzes festzustellen, wurde eine Palladiumammoniumchlorürlösung hergestellt, die 0.050 g Salz in 500 ccm Wasser enthielt, demnach 0.0001 g Salz in 1 ccm. Von dieser Lösung wurde immer 1 ccm durch Hinzufügen von Wasser auf $\frac{1}{50}$, $\frac{1}{100}$, $\frac{1}{200}$ mg Salz in 1 ccm gebracht, und hierauf drei Tropfen einer gesättigten Auflösung von α -nitroso- β -naphthol in 50%iger Essigsäure hinzugegeben. In allen Fällen entstand nach kurzem Umschütteln ein deutlicher Niederschlag. Sogar als 1 ccm auf 100 ccm verdünnt wurde, also eine Konzentration von ca. $\frac{1}{1000000}$ g Palladiumammoniumchlorür in 1 ccm vorlag, konnte man nach einiger Zeit noch eine deutliche Fällung beobachten.

Der durch α -nitroso- β -naphthol in Palladiumlösungen erzeugte Niederschlag ist sehr voluminös und von rotbrauner Farbe, etwas dunkler als Eisenhydroxyd. Er ist leicht filtrierbar und läßt sich vollständig zu metallischem Palladium verglühen. Die große Empfindlichkeit der Reaktion läßt schon erwarten, daß sie auch zur quantitativen Bestimmung des Palladiums geeignet ist. Um dies zu prüfen, wurde eine Lösung von bekanntem Palladiumgehalt hergestellt und dieser zwei Proben von je 20 ccm entnommen. Die eine Probe wurde mit α -nitroso- β -naphthol versetzt, während aus der anderen das Palladium durch Quecksilbercyanid ausgefällt wurde.

1.2593 g $(\text{Pd}(\text{NH}_4)_2)\text{Cl}_4$ wurden in 500 ccm H_2O gelöst. Hiervon enthalten 20 ccm 0.05037 g $(\text{Pd}(\text{NH}_4)_2)\text{Cl}_4 = 0.0188$ g Pd met.

In 20 ccm der Lösung wurden gefunden:

- a) durch Quecksilbercyanid 0.0183 g Pd met.
- b) „ α -nitroso- β -naphthol 0.0188 g Pd „

Man kann demnach die Fällung als eine quantitative betrachten.

Nun galt es noch zu untersuchen, wie sich das Reagenz zu Palladium verhält bei Gegenwart von anderen Platinmetallen. Um dies zu untersuchen wurde eine Lösung hergestellt, die 1.2346 g Platinchlorwasserstoffsäure, 0.2032 g Rhodiumchlorid und 20 ccm der vorhin erwähnten Palladiumammoniumchlorürlösung enthält. Das Gesamtvolumen betrug ca. 250 ccm. Es wurde mit ein paar Tropfen Salpetersäure angesäuert, zum Sieden erhitzt, und nach dem Ausfällen mit α -nitroso- β -naphthol noch heiß filtriert. Hierauf wurde mit heißem Wasser ausgewaschen und dann das noch nasse Filter vorsichtig im Porzellantiegel verascht.

Die Lösung enthielt 20 ccm = 0.0188 g Pd met.

Gefunden wurden: 0.0190 g Pd „

Das Verfahren eignet sich daher auch zur Abscheidung bezüglich Bestimmung kleiner Mengen Palladium neben viel Platin und etwas Rhodium.

Um die Zusammensetzung des entstehenden Niederschlags zu erfahren, wurde derselbe nach dem Ausfällen nochmals mit Essigsäure ausgekocht, um etwa mitgerissenes Fällungsmittel zu entfernen, mit Wasser ausgewaschen, und auf dem Wasserbade getrocknet.

Von diesem gereinigten Materiale wurden abgewogene Mengen zu Palladium verglüht.

0.1146 g Niederschlag hinterlassen 0.0266 g Pd = 23.21 %.

0.0750 g „ „ 0.0176 g Pd = 23.46 „

Wenn man für den Niederschlag folgende Formel annimmt:

Molekulargewicht = 450 % Pd = 23.556,

so stimmen die beiden gefundenen Werte mit dem berechneten gut überein. Daraus darf geschlossen werden, daß der Niederschlag die Zusammensetzung $(C_{10}H_6NO_2)_2Pd$ besitzt.

Dresden, Anorg.-chemisches Institut der Technischen Hochschule.

Bei der Redaktion eingegangen am 13. März 1913.