

160° an, und schmilzt zwischen 180 und 190°. Die braune Pikrinsäureverbindung des Phenazons bleibt bis 190° unverändert und schmilzt bei 194°.

Dies sind die augenfälligsten Unterschiede der beiden isomeren Verbindungen; sie sind gewiss ausreichend um im gegebenen Falle zu entscheiden, welche von beiden vorliege.

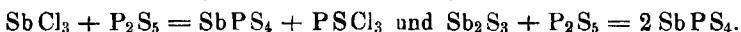
Zum Schlusse sei bemerkt, dass auch einige andere Dinitrokörper, welche eine neue Ringschliessung mittelst der Azogruppe möglich erscheinen lassen, wie z. B. β -Dinitronaphthalin (1.8) der Behandlung mit Natriumamalgam unterworfen worden sind. Die Versuche sind noch nicht weit genug gediehen, um darüber berichten zu können.

Organ. Laboratorium der technischen Hochschule zu Berlin.

619. Emanuel Glatzel: Ueber das Antimonsulfo-phosphat, $SbPS_4$.

(Eingegangen am 1. December.)

Das Antimonsulfophosphat, $SbPS_4$, lässt sich in doppelter Weise gewinnen, entweder durch Einwirkung von Antimontrichlorid auf Phosphorpentasulfid oder von Antimontrisulfid auf Phosphorpentasulfid. Der Darstellung liegen folgende Gleichungen zu Grunde:



Wird das Antimonsulfophosphat aus Antimontrichlorid und Phosphorpentasulfid bereitet, so verfährt man am besten folgendermaassen: Man bringt 40 g Phosphorpentasulfid und 80 g Antimontrichlorid, von letzterem also etwa doppelt so viel, als die nach der ersten Gleichung berechnete Menge beträgt, in fein zerriebenem Zustande in eine Glasretorte, mischt die Stoffe in derselben durch Umschütteln und erwärmt die Retorte mit aufwärts gekehrtem Halse etwa eine Stunde lang, auf einem Sandbade, mittels eines Bunsen'schen Einbrenners. Das Antimontrichlorid kommt hierdurch bald zum Schmelzen, und es beginnt ganz unmerklich die Einwirkung desselben auf das Phosphorpentasulfid. Nach der angegebenen Zeit stellt man die Retorte mit nach unten zu geneigtem Halse auf ein Drahtnetz und erhitzt dieselbe durch einen Dreibrenner. Hierbei destillirt Thiophosphorylchlorid, $PSCl_3$, und das überschüssig verwendete Antimontrichlorid ab, und es bleibt das entstandene Antimonsulfophosphat als hellgelb gefärbte Masse in der Retorte zurück. Nach erfolgter Destillation entfernt man das Drahtnetz und erhitzt die Retorte über

freiem Feuer weiter. Hierdurch schmilzt die Masse sehr bald zu einer braunen Flüssigkeit zusammen, welche beim Erkalten radialfaserig erstarrt. Setzt man nach dem Einschmelzen des Antimonsulfophosphats das Erhitzen längere Zeit fort, so tritt eine Zersetzung des Präparates ein und es destillirt zum Theil Phosphorpentasulfid ab, während in der Retorte ein Product zurückbleibt, welches bei der Abkühlung zu einer rubinrothen, amorphen Masse erstarrt.

Stellt man das Antimonsulfophosphat aus Antimontrisulfid und Phosphorpentasulfid her, so bringt man passend 40 g gepulvertes Schwefelantimon, sogenanntes Antimonium crudum, und 50 g gepulvertes Phosphorpentasulfid, also von letzterem etwa doppelt so viel, als die nach obiger Gleichung berechnete Menge beträgt, in eine Glasretorte, mischt die Substanzen in derselben durch Umschütteln und erwärmt die Retorte langsam auf einem Drahtnetze durch einen Einbrenner. Hierdurch tritt bald eine Verflüssigung des Retorteninhalts ein. Nach etwa einer Stunde giebt man mittels eines Bunsen'schen Dreibrenners, zuletzt unter Entfernung des Drahtnetzes, stärkere Hitze und destillirt den Ueberschuss des Phosphorpentasulfids ab. Das Erhitzen ist zu unterbrechen, sobald sich das überschüssig angewendete Phosphorpentasulfid im Halse und an dem oberen Theile der Retorte abgesetzt hat, weil sonst, wie bei der Darstellung des Präparates nach der ersten Methode, eine Zersetzung desselben eintreten würde. Das in der Retorte zurückbleibende Product bildet das fertige Antimonsulfophosphat.

Das Antimonsulfophosphat ist ein fester Körper, welcher aus radial angeordneten, oft centimeterlangen Fasern besteht, die schwefelgelb gefärbt sind und starken Seidenglanz besitzen. Es bildet beim Zerreiben eine strohartig aussehende, verfilzte Masse, die etwas nach Schwefelwasserstoff riecht, unlöslich in Wasser, Alkohol, Aether, Schwefelkohlenstoff, Salzsäure, verdünnter Schwefelsäure, Benzol und Eisessig ist und sich beim Kochen mit starker Salpetersäure, mit Königswasser und concentrirter Schwefelsäure, ebenso mit Kali- und Natronlauge, sowie mit Ammoniak zersetzt. Es verbrennt, an der Luft erhitzt, mit fahler Flamme.

Das Antimonsulfophosphat wurde in der Weise analysirt, dass in einer Probe das Antimon und der Schwefel, in einer zweiten der Phosphor bestimmt wurde. Für die ersten Bestimmungen wurde die fein zerriebene Substanz mit Wasser in ein Erlenmeyer'sches Kölbchen gespült, zu derselben etwas Weinsäure gesetzt, darauf Salpetersäure und Brom hinzugefügt und dann das Kölbchen 12 Stunden lang sich selbst überlassen. Nach dieser Zeit wurde das Kölbchen erwärmt, wobei völlige Lösung der Substanz eintrat. Die Lösung wurde darauf vorsichtig bis zur Trockniss abgedampft, die trockene Masse unter Zusatz einiger Tropfen Salzsäure wieder in Lösung ge-

bracht und aus dieser mit Chlorbaryum die Schwefelsäure abgeschieden. Darauf wurde das überschüssig verwendete Chlorbaryum aus dem Filtrate durch Schwefelsäure entfernt, dann das Antimon mit Hülfe von Schwefelwasserstoff gefällt und schliesslich im Kohlensäurestrom als Antimontrisulfid bestimmt. Zur Feststellung des Phosphorgehaltes wurde eine zweite Probe, ohne Zusatz von Weinsäure, nur unter Verwendung von Salpetersäure und Brom zersetzt, um später die Bildung von basisch weinsaurer Magnesia zu verhindern, darauf durch die Flüssigkeit, welche Antimonoxyd resp. Antimonsäure ausgeschieden enthielt, Schwefelwasserstoff geleitet, das so erhaltene Schwefelantimon abfiltrirt, aus dem Filtrate der Schwefelwasserstoff durch Abdampfen entfernt, dann die Phosphorsäure als Ammoniummagnesiumphosphat gefällt und als Magnesiumpyrophosphat bestimmt.

Für jede Analyse wurde stets genau 1 g Substanz verwendet. Bei der Untersuchung zweier aus Antimontrichlorid und Phosphorpentasulfid dargestellten Präparate wurden gefunden:

- I. 0.5869 g Sb_2S_3 , 0.4061 g $Mg_2P_2O_7$, 3.3427 g $BaSO_4$ und
 II. 0.6094 g Sb_2S_3 , 0.3889 g $Mg_2P_2O_7$, 3.2909 g $BaSO_4$.

Die Analysen zweier aus Antimontrisulfid und Phosphorpentasulfid gewonnenen Producte lieferten:

- III. 0.5955 g Sb_2S_3 , 0.3814 g $Mg_2P_2O_7$, 3.3760 g $BaSO_4$ und
 IV. 0.6113 g Sb_2S_3 , 0.4011 g $Mg_2P_2O_7$, 3.3178 g $BaSO_4$.

Hieraus berechnen sich die in folgender Tabelle übersichtlich zusammengestellten Resultate, welche beweisen, dass den untersuchten Präparaten die Formel » $SbPS_4$ « zukommt.

Formel des Antimonsulf- ophats	1. Atom- gewichte	2. Rechnete procentische Zusammen- setzung	4. Gefundene procentische Zusammensetzung zweier aus $SbCl_3$ und P_2S_5 dar- gestellten Präparate			
			I.	II.	III.	IV.
Sb	122.00	43.44 pCt	42.12 pCt.	43.73 pCt.	42.73 pCt.	43.87 pCt.
P	30.96	11.02 »	11.35 »	10.87 »	10.66 »	11.21 »
S	127.92	45.54 »	45.96 »	45.25 »	46.32 »	45.62 »
$SbPS_4$	280.88	100.00 pCt	99.43 pCt.	99.85 pCt.	99.71 pCt.	100.70 pCt.

Mit der Herstellung anderer Sulfophosphate bin ich beschäftigt.

Breslau, im December 1891.

Laboratorium der Königl. Oberrealschule.