

chlorphosphors auf dieselben vorbehalten, und sage schliesslich Hrn. P. Friedländer für die eifrige Unterstützung, welche er mir bei dieser Arbeit hat angedeihen lassen, meinen besten Dank.

**122. W. Demel: Ueber das Amidonitrosulfuret des Eisens.**

[Auszug aus einer der k. Akademie d. Wissensch. zu Wien vorgelegten Arbeit.]  
(Eingegangen am 13. März.)

Durch Reaction von Schwefelammonium, salpetrigsaurem Kali und einer Eisenoxydulsalzlösung erhielt Roussin<sup>1)</sup> das „Binitrosulfuret des Eisens“ und gab dieser Verbindung die Formel:



Nach ihm beschäftigte sich Porczinsky<sup>2)</sup> und später Rosenberg<sup>3)</sup> mit dieser Substanz. Beide gaben neue Darstellungsmethoden an und stellten neue Formeln auf.

Die differirenden analytischen Resultate und Ansichten über diese interessante Verbindung veranlassten mich, dieselbe einer Untersuchung zu unterziehen. Ich befolgte die Darstellungsmethode Roussin's, es gelang mir aber trotz mehrfacher Modificationen niemals, eine vollständige Auflösung des bei der oben erwähnten Reaction entstehenden Niederschlages herbeizuführen; aus dem Filtrate jedoch erhielt ich Krystalle, zuerst in Form von schwarzen Nadeln, beim Unkrystallisiren aus Wasser aber als prachtvoll glänzende, kleine, schwarze Prismen.

Nach vielen Versuchen erwies sich folgende Darstellungsart am geeignetsten. Man löst 20 g salpetrigsaures Kali (von Trommsdorff) in 300 ccm Wasser und bringt die Lösung zum Sieden, worauf 40 ccm gewöhnliche Schwefelammoniumlösung zugesetzt werden, und dieses Gemenge wenige Minuten lang erhitzt wird. Unter Umschwenken des Kolbens, in welchem die Reaction stattfindet, wird dann eine Lösung von 33 g krystallisirtem Eisenvitriol in 200 ccm Wasser nach und nach zugesetzt und die Flüssigkeit noch zehn Minuten lang sieden gelassen. Hierbei löst sich der entstandene schwarze Niederschlag zum Theile auf, während die Flüssigkeit eine dunkelbraungrüne Farbe annimmt. Man filtrirt, und es scheiden sich aus dem Filtrate die schwarzen Krystalle aus. Die Mutterlaugen zersetzen sich beim Eindampfen auf dem Wasserbade unter Abscheidung einer braunen, Schwefel und Eisen enthaltenden Substanz.

Die Krystalle zersetzen sich an der Luft, lassen sich indessen im luftverdünnten Raume und am besten in zugeschmolzenen Röhren

<sup>1)</sup> Ann. Chem. Pharm. 107. 120.

<sup>2)</sup> Ann. Chem. Pharm. 125. 302.

<sup>3)</sup> Diese Berichte III, 312.

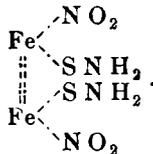
in Kohlensäureatmosphäre aufbewahren. In Wasser sind sie leicht, in Alkohol und in Aether sehr leicht löslich. In der wässerigen Lösung bewirkt Salzsäure Schwefelwasserstoffgasentwicklung, concentrirte Salzsäure aber verursacht schon in der Kälte Entwicklung von braunen Dämpfen. Mit Kalilauge gekocht, erfolgt starke Entwicklung von Ammoniak. Bereits unter 100° C. zersetzt sich diese Verbindung, für sich erhitzt, verglimmt sie heftig unter Bildung eines schwarzen Körpers, der als Schwefeleisen erkannt wurde.

Die Analyse ergab, dass der Stickstoff nicht nur an Sauerstoff, sondern auch zum Theile an Wasserstoff gebunden ist, da sowohl die Methode der Stickstoffbestimmung nach Dumas, als auch diejenige nach Will und Varrentrapp zu Resultaten führte. Die Menge des nach Will und Varrentrapp gefundenen Stickstoffes erfordert für die Amidogruppe gerade soviel Wasserstoff, als durch die Verbrennung der Substanz mit chromsaurem Bleioxyd gefunden wurde. Die so im Mittel gefundenen 10.16 pCt. Stickstoff verlangen theoretisch 1.45 pCt. Wasserstoff um  $\text{NH}_2$  zu bilden; es wurden im Mittel gefunden: 1.48 pCt. Wasserstoff. Sowohl durch diese quantitativen Bestimmungen, als auch durch das oben erwähnte Verhalten gegen Aetzkali erscheint die Existenz der Amidogruppe in dieser Verbindung als nachgewiesen. Die übrigen Bestimmungen wurden nach den gewöhnlichen Methoden ausgeführt, und führe ich hier nur das Mittel des gefundenen Procentgehaltes an jedem Bestandtheile an.

	Gefunden (im Mittel)	Berechnet
Fe	37.12	37.33
S	21.38	21.33
N	18.52 (n. Dumas)	18.66
H	1.48	1.33
O	—	21.35
		100.00.

Die erhaltenen Zahlen entsprechen am besten der empirischen Formel  $\text{Fe S N}_2 \text{H}_2 \text{O}_2$ .

Die Constitution dieser Verbindung liesse sich durch nachfolgende Formel ausdrücken:



In dem Glauben, analoge Verbindungen erhalten zu können, habe ich Versuche ähnlicher Art auch mit Kobalt-, Nickel- und Mangansalzen angestellt, es ist mir jedoch nicht gelungen, das gewünschte Resultat zu erzielen.

Wien, Laborat. d. Prof. A. Bauer a. d. k. k. techn. Hochsch.