

## (Natrium-bis(d-tartrato)diantimonat(III))

Diese Substanz mit dem verwirrenden IUPAC-Namen ist das Natriumanalogon des Brechweinsteins und unterscheidet sich von letzterem vor allem durch ihre sehr gute Löslichkeit in Wasser. Das bewirkt, dass die Reindarstellung – obgleich im Grunde einfach – ihre Tücken hat. Natriumantimonyltartrat war vor rund 100 Jahren ein viel gebrauchtes Medikament gegen die Schistosomiasis, eine tropische Wurmerkrankung sowie gegen die Leishmaniose, eine ebenfalls in den Tropen vorkommende Protozoeninfektion. Im Labor findet es als chirales Reagenz zur Trennung von optischen Isomeren Verwendung.

### Material/Geräte:

Erlenmeyerkolben, Magnetheizrührer, Wasserbad, Nutsche, Kristallisierschale, Bürette, Analysenwaage

### Chemikalien:

L(+)-Weinsäure (C)



Natronlauge 1N (C)



Antimon(III)-oxid



für die Analyse:

Natriumhydrogencarbonat

Kaliumnatriumtartrat-3-Hydrat (Seignettesalz)

Stärkelösung

0,1 N Iodlösung



---

Natriumantimonyltartrat-5-Hydrat (N, T)



### Versuchsdurchführung:

Für das Gelingen der Synthese ist es entscheidend, dass exakt stöchiometrische Mengen an Weinsäure und Natronlauge verwendet werden. Deren Gehalt ist daher zuvor durch Titration zu bestimmen. Die Natronlauge braucht nicht carbonatfrei zu sein, es muss jedoch der bei der Einstellung gegen Methylorange (nicht Phenolphthalein!) ermittelte Faktor zur Berechnung der Menge angewandt werden.

Man löst 8,00 g Weinsäure in 20 ml Wasser und versetzt mit genau 53,3 ml 1 N Natronlauge ( $f=1,000$ ). In die klare Lösung gibt man einen Rührfisch und fügt 8,5-9 g Antimon(III)-oxid hinzu. Die Mischung wird dann, mit einem Uhrglas abgedeckt, unter stetem Rühren und unter gelegentlichem Ersatz des verdampfenden Wassers für 6 Stunden in einem siedenden Wasserbad erhitzt. Danach lässt man unter Rühren erkalten, saugt von dem nicht gelösten Antimon(III)-oxid ab und wäscht den Filtrückstand mit 20-25 ml heißem Wasser nach.

Das klare Filtrat wird in einer Kristallisierschale auf dem Wasserbad zur Trockene eingedampft. Dabei bildet sich gegen Ende eine Kristallhaut auf der Oberfläche der Flüssigkeit, die mit einem Glasstab immer wieder beiseite geschoben wird. Das Produkt bildet zunächst eine eigentümlich klebrige, weiße Kristallmasse, wird aber bei fortgesetztem Erhitzen (immer auf dem Wasserbad) ganz trocken. Nach dem Abkühlen wird es in der Reibschale gepulvert und dann in einer flachen Kristallisierschale solange offen an der Luft stehen gelassen (Schaleninhalt gelegentlich umrühren!) bis nach 48-72 Stunden (bei einer Luftfeuchte von 50-60%) das Gewicht nicht mehr zunimmt. Dazu wird die Schale zuvor auf der analytischen Waage tariert. Bei meinem Versuch nahm das Gewicht von 16187 mg auf 17211 mg zu. Man erhält ein weißes, relativ schweres, feinkristallines und sehr leicht wasserlösliches Pulver.

Ausbeute: 17,2 g (97,2 % d. Th.)

### Gehaltsbestimmung:

Man löst 300-350 mg des Präparates zusammen mit 0,5 g Kaliumnatriumtartrat und 3 g Natriumhydrogencarbonat in 50 ml Wasser. Nach Zugabe von 1-2 ml Stärkelösung wird mit 0,1 N Iodlösung titriert, bis die entstehende Blaufärbung nicht mehr verschwindet (gegen Ende sehr langsam titrieren!). Während der Reaktion ist eine leichte Kohlendioxidentwicklung zu beobachten. Ein Milliliter der Maßlösung entspricht  $16,79 \text{ mg Na}_2[(\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_6)_2\text{Sb}_2] \times 5 \text{ H}_2\text{O}$ . Für mein Präparat wurden auf 340,2 mg 23,025 ml 0,1 N Iodlösung verbraucht. Das ergibt 338,6 mg oder einen Gehalt von 99,5 %

### spezifische Drehung:

Eine 4 %ige Lösung des Präparates (berechnet auf die wasserfreie Substanz) wurde im Halbschattenpolarimeter untersucht. Bei einer Temperatur von 25 °C und einer Rohrlänge von 94,7 mm fand sich ein Drehwinkel von +6,2°

$$[\alpha]_D^{25} = 6,2 \times 25 / 0,947 = + 163,7^\circ$$

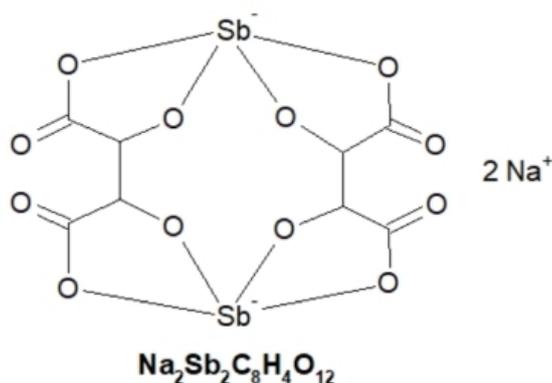
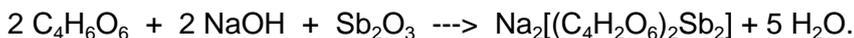
Bei einer Ablesegenauigkeit von hier geschätzt 0,05 ° (bei einer Verschiebung um 0,1° war eine deutliche Veränderung der Helligkeit im Polarimeter zu erkennen) dürfte der tatsächliche Wert in der Region zwischen +162,5° und +165° liegen.

**Entsorgung:**

Das Präparat wird über den Schwermetallabfall entsorgt, ebenso der Filtrerrückstand (nicht umgesetztes Antimon(III)-oxid) und die austritrierte Flüssigkeit.

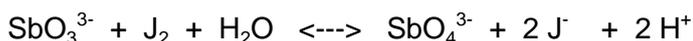
**Erklärungen:**

Die Bildung des Natriumantimonyltartrates geht analog der des Kaliumsalzes vor sich. Auch die Komplexstruktur ist identisch.



Beim Eindampfen erhält man ein Gemisch verschiedener Hydrate. Durch Stehenlassen an der Luft nehmen letztere Wasser auf, so dass schließlich das unter Umgebungsbedingungen stabile Pentahydrat entsteht, das nicht hygroskopisch ist. Es verliert bei längerem Trocknen bei 105 °C 4 mol Kristallwasser, das Anhydrid wird erst durch Trocknen im Vakuum über konz. Schwefelsäure erhalten (s. Literatur 1).

Die Gehaltsbestimmung (2) erfolgt analog der bekannten Bestimmung von Arsen, indem Sb(III) durch Iod zu Sb(V) oxidiert wird:



Molmasse  $\text{Na}_2[(\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_6)_2\text{Sb}_2] \times 5 \text{H}_2\text{O} = 671,65 \text{ g/mol}$

Äquivalentmasse = 167,9 g/val

Um das Gleichgewicht nach rechts zu verschieben wird, wie bei der Arsenbestimmung, Natriumbicarbonat zugesetzt, das die entstehenden Wasserstoffionen abfängt. Das Seignettesalz dient dazu, eine Fällung von Antimon(III)-oxid in der leicht alkalischen Lösung auszuschließen.

Als Medikament werden Antimonyltartrate wegen ihrer ausgeprägten Toxizität (siehe dazu auch hier!) schon lange nicht mehr verwendet, doch zu Beginn des 20. Jahrhunderts retteten sie unzähligen Menschen das Leben (3). Gegen Schistosomiasis war das Präparat bis zur Einführung des praktisch ungiftigen Praziquantel in den 70er Jahren in Gebrauch. Zur Behandlung der Leishmaniose wird bis heute eine Antimonverbindung, das Natrium-stibio(V)gluconat, eingesetzt, wobei auch hier die Bemühungen dahin gehen, andere, nebenwirkungsärmere Chemotherapeutika zu entwickeln.

**Bilder:**



Das Präparat

**Literatur:**

1. Aders Plimmer RH: Note upon Sodium Antimonyl Tartrate; Proceedings of the Royal Society of London Series B, Vol. 80, No. 536 (Feb. 4, 1908): 11-12 ([link](#))
2. Poethke, Walter: Praktikum der Massanalyse; 2. Auflage 1980, Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt/Main: 192-193 (ISBN 3-87144-535-5)
3. Sneader W: Drug Discovery - A History; John Wiley & Sons Ltd. 2005: 58 (ISBN-10 0-471-89980-1)

**Danksagung:**

Danke an Pok, der die oben angegebene Literaturstelle (1) ausfindig gemacht hat!