

blau. Manganreaction: braunschwarz. Die Fluorescenzreaction ist nicht so deutlich wie bei dem Phenylkörper.

0.1511 g Sbst.: 10.5 ccm N (22°, 755 mm). — 0.1623 g Sbst.: 11.8 ccm N (22°, 754 mm).

$C_{24}H_{20}N_2O$ . Ber. N 7.95. Gef. N 7.82, 8.17.

Kupfersalz: rothbraune, broncefarbige Blättchen, die in kochendem Alkohol unlöslich sind.

0.3527 g Sbst.: 0.0361 g CuO.

$(C_{24}H_{19}N_2O)_2Cu$ . Ber. Cu 8.31. Gef. Cu 8.18.

Das Kobaltsalz bildet grüne mikroskopische Krystalle.

Die Versuche werden nach verschiedenen Richtungen fortgesetzt.

#### 405. R. F. Weinland und W. Stille: Ueber Substitution von Sauerstoff durch Fluor in den Jodverbindungen.

[Vorläufige Mittheilung aus dem Laboratorium für angewandte Chemie der Universität München.]

(Eingegangen am 5. August 1901.)

In Gemeinschaft mit O. Lauenstein hatte der Eine von uns<sup>1)</sup> früher beobachtet, dass in den Jodaten durch Einwirkung von Flusssäure 1 Atom Sauerstoff durch 2 Atome Fluor ersetzt wird; so entsteht z. B. aus Kaliumjodat das gut krystallisirende Kaliumdifluorjodat,  $JO_2Fl_2K$ .

Im Anschluss hieran haben wir die von Willgerodt<sup>2)</sup> entdeckten Jodverbindungen, welche man als Derivate der Jodsäure ansehen kann, auf die Vertretbarkeit von Sauerstoff durch Fluor untersucht und gefunden, dass auch in diesen 1 Atom Sauerstoff gegen 2 Atome Fluor ausgetauscht wird, z. B. lässt sich aus dem Jodobenzol das Benzoljodofluorid,  $C_6H_5JOFl_2$ , erhalten.

Man löst zur Darstellung dieser Körper die betreffende Jodverbindung in etwa 40-procentiger Flusssäure in der Hitze bis zur Sättigung auf und lässt erkalten. Dabei scheidet sich das Fluorderivat in reichlicher Menge aus. Man saugt es auf einem Platin-Gooch-Tiegel<sup>3)</sup> ab, presst es, ohne die Krystalle zu zerdrücken, zwischen Filtrirpapier und bringt es sogleich auf Platin über Schwefelsäure.

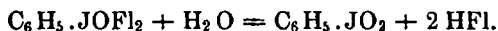
Die Jodofluoride sind in trockner Luft ziemlich beständig, in feuchter Luft dagegen werden die glänzenden Kryställchen allmählich

<sup>1)</sup> Weinland und Lauenstein, Ueber Fluorjodate; diese Berichte 30, 866 [1897]; Zeitschr. für anorg. Chem. 20, 30 [1899].

<sup>2)</sup> Diese Berichte 26, 357 [1893].

<sup>3)</sup> Nach Neubauer von W. C. Heräus in Hanau.

trübe, in Folge hydrolytischer Spaltung in Jodoverbindung und Fluorwasserstoff:



Dieser Zerfall findet beim Uebergiessen der Krystalle mit Wasser sogleich statt, sie werden trübe, und man erhält beim Erhitzen eine stark flusssaurer Lösung. Titirt man hierin die Flusssäure, so findet man die dem Fluorgehalt der Verbindung entsprechende Menge davon, die Hydrolyse ist also vollständig. In zerriebenen Zustande sind die Körper auch über Schwefelsäure nicht beständig, sie riechen fortwährend nach Fluorwasserstoff, und nach einigen Tagen sind sie vollständig in die entsprechenden Jodoverbindungen übergegangen.

Die Jodofluoride zeigen dem Wasser gegenüber die Löslichkeitsverhältnisse der Jodoverbindungen.

Behandelt man die Körper mit warmem Wasser, so giebt das Filtrat mit Calciumchlorid eine Fällung von Calciumfluorid.

Fügt man zu der (im Wasserbad bereiteten) Lösung Jodkalium und Salzsäure, so scheidet sich eine 2 Atomen Sauerstoff entsprechende Menge Jod aus.

Erhitzt man die Jodofluoride auf Platinblech, so verpuffen sie, aber weniger heftig als die Jodoverbindungen. Auch beim Uebergiessen mit Schwefelsäure erfolgt Verpuffung. Beim Erhitzen im Capillarröhrchen findet bei einigen Verpuffung, beim *o*-Toluoljodofluorid nur lebhaftere Zersetzung statt. Die Verpuffungspunkte der Jodofluoride liegen im Allgemeinen etwas niedriger als die der entsprechenden Jodoverbindungen.

### 1. Benzoljodofluorid, $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{JOFl}_2$ .

Diese Verbindung bildet, aus warm gesättigter Lösung ausgeschieden, wie das Jodobenzol farblose, glänzende, verfilzte Nadeln. Die Mutterlauge liefert den Körper in grossen, flachen Prismen.

Verpuffungspunkt:  $216^\circ$  (Jodobenzol  $237^\circ$ ).

$\text{C}_6\text{H}_5\text{JOFl}_2$ . Ber. J 49.19, O 12.41, Fl 14.73.

Gef. » 49.26, » 12.5, 12.7, » 14.6, 14.4.

### 2. *o*-Toluoljodofluorid, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)\cdot\text{JOFl}_2$ .

Dieses Jodofluorid krystallisirt besser als das entsprechende Jodotoluol. Es bildet zu Blättern vereinigte, farblose, körnige Kryställchen. Von den bis jetzt von uns erhaltenen Jodofluoriden ist dieses das beständigste, vermuthlich wegen der grösseren Derbheit seiner Krystalle.

Es verpufft auf dem Platinblech, beim Erhitzen im Schmelzröhrchen jedoch fängt es bei  $120^\circ$  zu schmelzen an, bei  $170^\circ$  be-

ginnt eine lebhafte Gasentwicklung, bei  $190^{\circ}$  ist die Zersetzung vollständig.

$C_7H_7JOFl_2$ . Ber. O 11.77, Fl 13.98.

Gef.  $\times$  11.85,  $\times$  14.13, 14.04.

### 3. *p*-Toluoljodofluorid.

Das *p*-Toluoljodofluorid krystallisirt sehr leicht in schönen, glänzenden Nadeln. Verpuffungspunkt:  $206^{\circ}$  (*p*-Jodotoluol nach Willgerodt <sup>1)</sup>  $228^{\circ}$ , nach Bamberger und Hill <sup>2)</sup>  $221^{\circ}$ ). Bei sehr schnellem Erhitzen fanden wir den Verpuffungspunkt einmal bei  $198^{\circ}$ .

$C_7H_7JOFl_2$ . Ber. O 11.77, Fl 13.98.

Gef.  $\times$  11.6, 12.1,  $\bullet$  13.9, 13.7.

München, 4. August 1901.

## 406. R. F. Weinland und Fr. Schlegelmilch: Ueber Doppelsalze des Antimonpentachlorids.

[Vorläufige Mittheilung aus dem Laboratorium für angewandte Chemie der Universität München.]

(Eingegangen am 5. August 1901.)

Die im periodischen System benachbarten Elemente Zinn und Antimon zeigen bekanntlich in vieler Hinsicht grosse Aehnlichkeit; es war daher möglich, dass die für das Zinntetrachlorid charakteristische Fähigkeit, sich mit positiven Metallchloriden zu verbinden, auch bei dem entsprechenden Antimonpentachlorid sich zeigen werde. Dies ist in der That der Fall; wir fanden, dass auch das Antimonpentachlorid zur Bildung von Doppelsalzen grosse Neigung besitzt.

Derartige Salze schienen bis jetzt nicht dargestellt worden zu sein; in der Zusammenstellung der Chlorosalze von A. Werner <sup>3)</sup> ist kein solches Salz aufgeführt, auch nicht in den Handbüchern von Gmelin-Kraut und Dammer. Aus der kürzlich erschienenen Abhandlung von H. L. Wells und F. J. Metzger <sup>4)</sup> über Antimontrifluorid-Caesiumfluorid-Doppelsalze und einige andere Antimondoppeltaloide ersahen wir jedoch, dass ein Antimonpentachlorid-

<sup>1)</sup> l. c.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 33, 533 [1900].

<sup>3)</sup> Zeitschr. für anorgan. Chem. 19, 158 [1898].

<sup>4)</sup> Sillim. Americ. Journ. of Science 11, 451 [1901]. (Juniheft); Chem. Centralbl. 1901, II., 166.