

# MITTHEILUNGEN

DER

## NATURFORSCHENDEN GESELLSCHAFT

IN ZÜRICH.

N<sup>o</sup> 51.

1850.

### C. Löwig und E. Schweizer, — Untersuchungen über die Verbindungen des Stibäthyls.

(Zweite Abhandlung.)

Bevor wir unsere Untersuchungen über die Verbindungen des Stibäthyls beschreiben, ergänzen wir die in unserer ersten Abhandlung mitgetheilten physikalischen Eigenschaften durch die Angabe seines Siedepunktes und seines specifischen Gewichtes in flüssiger und gasförmiger Gestalt. Zur Bestimmung des Siedepunktes bedienten wir uns circa 5 Loth reinen Stibäthyls; dasselbe wurde in einer Atmosphäre von Kohlensäure in eine kleine Retorte gebracht und die Destillation im Sandbade mit Hülfe des schon in unserer ersten Abhandlung beschriebenen Apparates vorgenommen. Das Stibäthyl fängt bei einem Barometerstand von 730 M.M. bei 150<sup>o</sup> zu kochen an; der Siedepunkt steigt aber rasch auf 158,5<sup>o</sup> und bleibt constant bis fast der letzte Tropfen übergegangen ist, wenn sich das Thermometer in seinem Dampfe befindet. Das specifische Gewicht des flüssigen Stibäthyls ist bei 16<sup>o</sup> = 1,3244. Zur Ermittlung des specifischen Gewichtes seines Dampfes bedienten wir uns der Dumaschen Methode, nur benützten wir dazu einen mit Chloräthylgas gefüllten Ballon. Die Füllung geschah auf folgende Weise: der Ballon wurde durch Eintauchen in warmes Wasser auf 40—45<sup>o</sup> erwärmt, hierauf die Spitze desselben in Chloräthyl getaucht und gleichzeitig der Bal-

lon durch eine Kältemischung unter 0° abgekühlt. Wir liessen eine bedeutende Quantität Chloräthyl in den Ballon treten, brachten ihn wieder in warmes Wasser und wiederholten die gleiche Operation 5—6 Mal, bevor die Spitze zugeschmolzen wurde. Der Ballon wurde nun gewogen, hierauf abermals, nachdem die Spitze in einer Atmosphäre von Kohlensäure abgefeilt war, erwärmt und dieselbe dann in Stibäthyl getaucht, welches sich ebenfalls in einer Atmosphäre von Kohlensäure befand. Nachdem eine gehörige Menge Stibäthyl in den Ballon eingetreten war, wurde derselbe, ohne jedoch die Spitze aus dem Kohlensäuregas herauszubringen, in ein Chlorzinkbad gebracht und in demselben bis auf 180° erhitzt. Um die Entzündung der Stibäthylämpfe zu vermeiden, liessen wir während der ganzen Operation Kohlensäure durch den Apparat treten, in welchen die Spitze des Ballons mündete. Diese Vorrichtung hat noch den Vorzug, dass man das Stibäthyl, welches gasförmig entweicht, wieder gewinnt. Als kein Gas mehr ausströmte, wurde die Spitze schnell zugeschmolzen und dann der Ballon gewogen. Das specifische Gewicht des Chloräthylgases ergab sich durch folgende Berechnung:

|                                      |              |
|--------------------------------------|--------------|
| Barometerstand . . . . .             | 733 M.M.     |
| Inhalt des Ballons . . . . .         | 139 C.C.     |
| Gewichtszunahme des Ballons nach der |              |
| Füllung mit Chloräthylgas bei 38°    | 0,442 gramm. |
| Reduction auf 0° und 760 M.M. . .    | 117 C.C.     |
| Spec. Gewicht des Chloräthylgases .  | 2,2292       |
| Gewicht eines C.C. Chloräthylgases . | 0,00295 gr.  |
| Gewicht von 117 C.C. Chloräthylgas   | 0,3387 -     |
| Gewichtszunahme des Ballons nach der |              |
| Füllung mit Stibäthylgas . . . . .   | 0,442 -      |
| Gewicht des Stibäthylgases . . . . . | 0,7807 -     |

|                                                                          |            |            |
|--------------------------------------------------------------------------|------------|------------|
| Temperatur des mit Stibäthylgas gefüllten Ballons beim Zuschmelzen . . . | 180°       |            |
| Zurückgebliebenes Chloräthylgas . . .                                    | 0          |            |
| Reduction des Inhaltes auf 0° und 760 M.M. . . . .                       | 80,8 C.C.  |            |
| Gewicht eines Liters Luft . . . . .                                      | 1,2991 gr. |            |
| - - - Stibäthylgas . . . . .                                             | 9,6621 -   |            |
| Specif. Gewicht des Stibäthylgas . . .                                   | 7,438      |            |
| oder:                                                                    | Maass      | Spec. Gew. |
| 3 At. Aethylgas                                                          | = 6        | = 12,1110  |
| 1 - Antimongas                                                           | = 1        | = 17,8871  |
| <hr/>                                                                    |            |            |
| 1 At. Stibäthylgas                                                       | = 4        | = 29,9981  |
| und $\frac{29,9981}{4}$                                                  | = 7,499.   |            |

### Verbindungen des Stibäthyls.

An Verbindungsfähigkeit übertrifft das Stibäthyl, das Kakodyl und die Salzbilder ausgenommen, alle bis jetzt bekannten sowohl einfachen als zusammengesetzten Körper. Es vereinigt sich bei gewöhnlicher Temperatur mit Sauerstoff, Schwefel, Selen und den Salzbildern unter bedeutender Wärmeentwicklung, welche sich beim Sauerstoff und dem Chlor momentan bis zur Entzündung steigert. Die Verbindungen mit den genannten Körpern kommen in allen Verhältnissen mit den entsprechenden Kaliumverbindungen überein und lassen sich leicht durch wechselseitige Zersetzung in einander überführen. 1 At. Stibäthylgas verbindet sich mit 2 At. Sauerstoff, Schwefel, Selen etc.; höhere oder niedrigere Verbindungsstufen haben wir bis jetzt keine erhalten. Unter gewissen Umständen treten jedoch 2 At. Aethyl aus dem Stibäthyl aus, während ein Radical =  $C_4H_5St = AeSt$  gebildet wird. Dieses Radical, welches sich mit 5 At. O, S, Chl. etc. vereinigt, wollen wir zur Unterscheidung

Aethylstibyl nennen. Es unterscheidet sich von dem Stibäthyl hauptsächlich durch die Unlöslichkeit seiner Schwefelverbindungen in Wasser, während das Schwefelstibäthyl sehr leicht in demselben löslich ist. Alle Verbindungen daher, welche nur Spuren von Aethylstibyl enthalten, geben sogleich mit Schwefelwasserstoff einen gelben höchst unangenehm riechenden Niederschlag. Wir werden in unserer nächsten Abhandlung das Aethylstibyl und seine Verbindungen beschreiben.

#### Stibäthyl und Sauerstoff.

Bringt man Stibäthyl aus einer Spitze in reines Sauerstoffgas, so entzündet es sich momentan und verbrennt mit blendend weissem Lichte; das gleiche erfolgt auch in der Luft, nur tritt die Entzündung erst nach einigen Sekunden ein, während vorher ein dicker, weisser Rauch entsteht. Findet hingegen die Oxydation langsam statt, so erhält man, wie bereits in unserer ersten Abhandlung angegeben wurde, neben einer durchsichtigen, syrupdicken Masse, noch ein weisses, in Weingeist unlösliches Pulver, welches wir vorläufig Stibäthylsäure genannt haben. Die Zusammensetzung dieser Säure ist:  $(C_4H_5St)O_5$ ; sie ist daher Aethylstibylsäure. Die syrupdicke Masse besteht aus:  $(C_{12}H_{15}St)O_2$ ; wir nennen diese Verbindung Stibäthylxyd und bezeichnen dieselbe mit  $StäO_2$ . Es hält schwer, das Stibäthylxyd durch directe Oxydation rein, d. h. es vollkommen frei von der sich gleichzeitig bildenden Aethylstibylsäure zu erhalten. Am reichlichsten gewinnt man das Stibäthylxyd direct, wenn man eine verdünnte weingeistige Lösung in einem lose bedeckten Becherglase langsam verdunsten lässt; dabei bildet sich nur wenig Aethylstibylsäure, während durch Verdunstung der ätherischen Stibäthyllösung die letztere in überwiegender Menge entsteht. Den Rückstand be-

handelt man mit Aether, welcher das Stibäthyl oxyd löst; dasselbe enthält jedoch noch Aethylstibylsäure; die vollständige Trennung von derselben gelingt nur durch wiederholtes Auflösen in Aether und Verdunstung der ätherischen Lösung. Das Stibäthyl oxyd ist rein, wenn seine wässrige Lösung durch Schwefelwasserstoffwasser nicht gefärbt oder getrübt wird; ist nur eine Spur von Aethylstibylsäure zugegen, so färbt sie die Lösung sogleich gelb. Unter Wasser geht die Oxydation des Stibäthyls nur äusserst langsam von statten, wesshalb man auch dasselbe am besten unter einer Schicht von Wasser aufbewahrt. Am reinsten und am leichtesten erhält man das Stibäthyl oxyd aus seiner schwefelsauren Verbindung. Dieselbe wird, in Wasser gelöst, mit Barytwasser versetzt, die vom schwefelsauren Baryt abfiltrirte Lösung langsam auf dem Wasserbade verdunstet und der Rückstand mit Weingeist ausgezogen, in welchem sich eine Verbindung von Stibäthyl oxyd mit Baryt löst, welche durch Einleiten von Kohlensäure zersetzt wird. Man filtrirt nun vom kohlensauren Baryt ab und erhält nach dem Verdunsten der weingeistigen Lösung das reine Stibäthyl oxyd. Auf gleiche Weise lässt sich dasselbe auch aus dem salpetersauren Salze darstellen. Schüttelt man eine weingeistige Lösung von Stibäthyl mit fein geriebenem Quecksilberoxyd im Ueberschuss, so bildet sich unter rascher Reduction des Oxyds, welche jedoch mit keiner bemerkbaren Wärmeentwicklung verbunden ist, reines Stibäthyl oxyd; Schwefelwasserstoff reagirt nicht im geringsten auf dasselbe.

In seinem reinsten Zustande erscheint das Stibäthyl oxyd als eine zähe, vollkommen wasserhelle, durchsichtige Masse ohne Spuren von Krystallisation. Lässt man es mehrere Tage unter der Glocke über Schwefelsäure

stehen, so wird es ziemlich fest; es erweicht aber wieder auf dem Wasserbade. Es ist in Wasser und Weingeist leicht, und auch in Aether, jedoch in geringerer Menge, löslich.\*) Das Stibäthyloxyd besitzt einen stark bitteren Geschmack, welcher dem des schwefelsauren Chinins sehr ähnlich ist; es scheint nicht giftig zu sein, denn selbst grössere Mengen in der wässrigen Lösung innerlich genommen bewirken nicht einmal Neigung zum Erbrechen. An der Luft erleidet das Stibäthyloxyd keine Veränderung; es ist nicht flüchtig. Wird es in einer unten zugeschmolzenen Glasröhre erhitzt, so entweichen dicke weisse Dämpfe, welche mit heller Flamme verbrennen, während ein Antimon- und Kohlehaltiger Rückstand bleibt; der grösste Theil des Antimons wird jedoch durch die Destillationsprodukte entfernt. Kalium reducirt das Stibäthyloxyd bei gelinder Erwärmung unter Abscheidung von Stibäthyl. Rauchende Salpetersäure zersetzt es unter heftiger Feuererscheinung; von verdünnter wird es aber ohne Gasentwicklung gelöst. In concentrirter Schwefelsäure ist es ohne Zersetzung löslich. Leitet man über Stibäthyloxyd trocknes salzsaures Gas, so bildet sich unter starker Wärmeentwicklung Wasser und Chlorstibäthyl. Wässrige Chlor-, Brom- und Jodwasserstoffsäuren führen es augenblicklich in die entsprechenden Haloidverbindungen über. Schwefelwasserstoff ist ohne sichtbare Einwirkung; nach dem Verdunsten der mit demselben gesättigten Lösung von Stibäthyloxyd erhält man Krystalle von Schwefelstibäthyl.

Die Zusammensetzung des Stibäthyloxyds ergab sich durch die Analysen der salpetersauren und schwefelsau-

---

\*) In unserer ersten Abhandlung ist angegeben, das Stibäthyl sei in Wasser nicht löslich; diese Angabe ist unrichtig.

ren Verbindungen, welche bei den betreffenden Salzen mitgetheilt sind. Es besteht aus:

|    |                       |     |     |        |
|----|-----------------------|-----|-----|--------|
| 12 | Atome Kohlenstoff . . | 72  | . . | 31,04  |
| 15 | - Wasserstoff . .     | 15  | . . | 6,46   |
| 1  | - Antimon . . .       | 129 | . . | 55,60  |
| 2  | - Sauerstoff . .      | 16  | . . | 6,90   |
|    |                       | 232 |     | 100,00 |

Das Stibäthyloxyd verhält sich ganz wie eine unorganische Basis und gibt selbst mit den stärksten Säuren, wie Schwefelsäure und Salpetersäure, krystallisirbare Salze. Wir haben bis jetzt nur wenige Verbindungen untersucht; sie scheinen sämmtlich in Wasser leicht löslich zu sein, wenigstens erhält man in der Lösung des salpetersauren Stibäthyloxyds durch kein Salz einer andern Säure einen Niederschlag.

#### Salpetersaures Stibäthyloxyd.

Man erhält das salpetersaure Stibäthyloxyd entweder direct durch Sättigen der verdünnten Salpetersäure mit Stibäthyloxyd, oder durch Auflösen des Stibäthyls in der ebenfalls verdünnten Säure. Das Stibäthyl löst sich in der mässig erwärmten Säure ganz wie ein Metall auf, indem sich von demselben fortwährend Blasen von Stickstoffoxyd entwickeln; es scheidet sich jedoch jedesmal, auch wenn man sehr verdünnte Säure anwendet, nebenbei eine kleine Menge Antimonoxyd aus, welche man durch Filtration von der Lösung trennen muss. Da das salpetersaure Stibäthyloxyd in überschüssiger Salpetersäure schwer löslich ist, so kann man das Salz leicht durch gelindes Abdampfen aus der sauren Flüssigkeit in Krystallen gewinnen. Concentriert man die saure Lösung auf dem Wasserbade stark, so scheidet sich die Verbin-

dung in öligen Tropfen aus, welche sich auf dem Boden des Gefässes ansammeln und beim Erkalten krystallinisch erstarren. Das von der sauren Mutterlauge befreite Salz wird in wenig Wasser gelöst, und die Lösung der freiwilligen Verdunstung überlassen. Man erhält ausgezeichnet schöne, grosse, rhomboidale Krystalle, welche in Wasser leicht, in Weingeist schwerer, und in Aether kaum löslich sind. Die Lösungen reagiren sauer auf Lakmus und besitzen den gleichen bitteren Geschmack wie das Stibäthyloxyd, welcher übrigens allen Verbindungen des Stibäthyls eigenthümlich ist. Das Salz schmilzt bei  $62^{\circ},5$  zu einer farblosen Flüssigkeit, welche bei  $57^{\circ}$  zu einer blendend weissen, krystallinischen Masse erstarrt; beim Erhitzen verpufft es, wie ein Gemenge eines salpetersauren Salzes mit Kohle. Concentrirte Schwefelsäure scheidet augenblicklich die Salpetersäure aus, und vermischt man die wässrige Lösung des Salzes mit concentrirter Salzsäure, so erhält man Chlorstibäthyl als eine farblose, ölige Flüssigkeit. Schwefelwasserstoff ist ohne Reaction auf die Verbindung.

Analyse. Die Verbrennung der Verbindung geschah durch Kupferoxyd, welches mit metallischem Kupfer gemengt war. Zur Bestimmung der Salpetersäure wurde die wässrige, mit Barytwasser gemischte Lösung des Salzes auf dem Wasserbade zur Trockniss verdunstet. Der Rückstand wurde mit absolutem Weingeist vermischt und durch Einleiten von Kohlensäure die Verbindung des Stibäthyloxyds mit Baryt zersetzt; hierauf wurde das Ganze auf ein Filter gebracht, der Rückstand auf demselben einigemal mit Weingeist ausgewaschen, derselbe dann mit Wasser behandelt und aus der filtrirten Lösung der Baryt durch Schwefelsäure gefällt.



1. 0,732 Gramm Substanz gaben:  
 0,599 Gr. Kohlensäure = 22,26 % Kohlenstoff,  
 0,300 » Wasser = 4,55 % Wasserstoff.
2. 0,541 Gramm Substanz gaben:  
 0,431 Gr. Kohlensäure = 21,60 % Kohlenstoff,  
 0,226 » Wasser = 4,62 % Wasserstoff.
3. 1,025 Gramm Substanz gaben:  
 0,714 Gr. schwefels. Baryt = 32,20 % Salpetersäure.
4. 0,768 Gramm Substanz gaben:  
 0,320 Gr. Wasser = 4,62 % Wasserstoff.

Die Verbindung besteht daher aus:

|        |               | gefunden    |                    |
|--------|---------------|-------------|--------------------|
| 12 At. | Kohlenstoff   | 72 . 21,40  | 22,26 . 21,60      |
| 15 »   | Wasserstoff   | 15 . 4,41   | 4,55 . 4,62 . 4,62 |
| 1 »    | Antimon       | 129 . 37,94 |                    |
| 2 »    | Sauerstoff    | 16 . 4,87   |                    |
| 2 »    | Salpetersäure | 108 . 31,78 | 32,20              |
|        |               | 340         | 100,00             |

Diese Formel ist daher:  $\text{St}_2 \text{O}_2, 2\text{NO}_5$ .

Da die salpetersaure Verbindung sehr leicht vollkommen rein zu erhalten ist, so eignet sie sich sehr zweckmässig zur Darstellung anderer, namentlich der Haloidverbindungen des Stibäthyls.

Schwefelsaures Stibäthyloxyd. Auch diese Verbindung lässt sich direct darstellen; man erhält sie jedoch am reinsten durch genaue Zersetzung des Schwefelstibäthyls mit schwefelsaurem Kupferoxyd; beide Körper werden in der wässrigen Lösung angewandt. Das schwefelsaure Salz ist in Wasser äusserst leicht löslich und krystallisirt daher erst aus der syrupdicken Flüssigkeit in kleinen, ganz weissen Krystallen; Ueberschuss von Schwefelsäure verhindert die Krystallisation, ohne

jedoch eine Zersetzung auf das Stibäthoxyd auszuüben. Die Krystalle werden zwischen Papier gepresst und hierauf unter der Glocke über Schwefelsäure getrocknet. Dieselben erleiden bei 100° keinen Verlust; sie werden aber weich und schmelzen in einer etwas höhern Temperatur zu einer farblosen Flüssigkeit. Auch dieses Salz besitzt einen bitteren, lange anhaltenden Geschmack, ist geruchlos, in Weingeist ziemlich leicht löslich, aber fast unlöslich in Aether. Salzsäure fällt aus der wässrigen Lösung zugleich Chlorstibäthyl.

Zur Bestimmung der Schwefelsäure wurde das Salz in Wasser gelöst und die Lösung mit salpetersaurem Baryt gefällt. Fällt man mit Chlorbaryum, so muss der schwefelsaure Baryt einigemal mit Weingeist ausgewaschen werden, um das anhängende Chlorstibäthyl zu entfernen.

1. 0,388 Gramm Substanz gaben:  
0,290 Gr. schwefels. Baryt = 25,45 % Schwefelsäure.

2. 0,396 Gramm Substanz gaben:  
0,297 Gr. schwefels. Baryt = 25,58 % Schwefelsäure.

|        |                 |     |   |              |
|--------|-----------------|-----|---|--------------|
| 12 At. | Kohlenstoff     | 72  | . | 23,08        |
| 15     | » Wasserstoff   | 15  | . | 4,80         |
| 1      | » Antimon       | 129 | . | 41,03        |
| 2      | » Sauerstoff    | 16  | . | 5,46         |
| 2      | » Schwefelsäure | 80  | . | 25,63        |
|        |                 |     | . | 25,45        |
|        |                 |     | . | 45,58        |
|        |                 |     |   | <hr/>        |
|        |                 |     |   | 312, 100,00. |

Stä O<sub>2</sub>, 2S<sub>0</sub><sub>3</sub>.

#### Stibäthyl und Schwefel.

Bringt man Stibäthyl mit Schwefel unter Wasser zusammen, so findet die Verbindung sogleich unter Wärmentwicklung statt, erhitzt man das Ganze, giesst man die

wässrige Lösung vom überschüssigen Schwefel ab, und verdunstet man dieselbe, so erhält man das Schwefelstibäthyl in Krystallen. Am schnellsten gewinnt man diese Verbindung, wenn man eine ätherische Stibäthyllösung in einen kleinen Kolben mit gewaschenen und wiedergetrockneten Schwefelblumen kocht. Giesst man die noch warme ätherische Lösung vom überschüssigen Schwefel ab, so erstarrt nach wenigen Minuten die ganze Flüssigkeit zu einem Haufwerk blendend weisser Krystallnadeln. Man lässt nun die ätherische Mutterlauge ablaufen, bringt die Krystallmasse einige Zeit mit der Luft in Berührung, damit sich das noch anhängende Stibäthyl oxydiren kann, löst sie dann wieder in warmem Aether, und erhält durch mehrmaliges Umkrystallisiren die vollkommen reine Verbindung.

Das Schwefelstibäthyl ist die schönste Stibäthylverbindung, welche wir bis jetzt zu untersuchen Gelegenheit hatten. Getrocknet erscheint dasselbe als eine sehr voluminöse, silberglänzende Krystallmasse von unangenehem, schwach mercaptanähnlichem, lang anhaltendem Geruch und von bitterm, schwach an Schwefelkalium erinnernden Geschmack. In Wasser und Weingeist ist das Schwefelstibäthyl leicht löslich, ebenso in warmem, aber schwer löslich in kaltem Aether; es schmilzt erst über  $100^{\circ}$  zu einer farblosen Flüssigkeit, welche nach dem Erkalten krystallinisch erstarrt. An der Luft erleidet das vollkommen trockene Schwefelstibäthyl keine Veränderung. Erhitzt man es über seinen Schmelzpunkt hinaus, so zersetzt es sich unter Bildung eines flüssigen Produktes, welches die grösste Aehnlichkeit mit Schwefeläthyl hat. Bringt man in geschmolzenes Schwefelstibäthyl ein Stückchen Kalium, so entwickeln sich augenblicklich

Dämpfe von Stibäthyl, welche sich an der Luft entzünden.

Die wässrige Lösung des Schwefelstibäthyls fällt alle Metallsalze als Schwefelmetalle, und es eignet sich daher diese Verbindung am besten zur Darstellung der Stibäthyl-oxydsalze. Verdünnte Säuren entwickeln sogleich Schwefelwasserstoff. Mit einem Worte: das ganze Verhalten dieser Verbindung ist so analog dem des Schwefelkaliums, dass die Analogie zwischen diesem und Schwefelnatrium nicht grösser gedacht werden kann.

Die Verbrennung wurde auf gewöhnliche Weise mit Kupferoxyd vorgenommen, und der Schwefel ganz wie bei den Schwefelmetallen, durch Oxydation mit starker Salpetersäure bestimmt. Rauchende Säure kann nicht angewandt werden, weil diese eine Entzündung bewirkt, am besten eignet sich eine Säure von 1,42 spez. Gewicht; im Anfange scheidet sich aber immer ein Theil Schwefel aus.

1. 0,640 Gramm Substanz gaben:

0,682 Gr. Kohlensäure = 29,06 % Kohlenstoff,  
0,360 » Wasser = 6,25 % Wasserstoff.

2. 0,625 Gramm Substanz gaben:

0,666 Gr. Kohlensäure = 29,12 % Kohlenstoff,  
0,352 » Wasser = 6,24 % Wasserstoff.

3. 0,718 Gramm Substanz gaben:

0,060 Gr. Schwefel und  
0,250 » -schwefels. Baryt = 13,09 % Schwefel.

4. 0,465 Gramm Substanz gaben:

0,025 Gr. Schwefel und  
0,268 » schwefels. Baryt = 13,02 % Schwefel.

|        |             |     |         |         |         |
|--------|-------------|-----|---------|---------|---------|
| 12 At. | Kohlenstoff | 72  | . 29,03 | . 29,06 | . 29,12 |
| 15 »   | Wasserstoff | 15  | . 6,05  | . 6,25  | . 6,24  |
| 1 »    | Antimon     | 129 | . 52,01 | . 51,60 | . 51,62 |
| 2 »    | Schwefel    | 32  | . 12,91 | . 13,09 | . 13,02 |
|        |             | 248 | 100,00  | 100,00  | 100,00. |

Formel: Stä S<sub>2</sub>.

### Stibäthyl und Selen.

Selen verhält sich zu Stibäthyl ganz wie Schwefel. Kocht man eine ätherische Stibäthyllösung mit gefällttem Selen, so krystallisirt das Selenstibäthyl während des Erkal- tens ganz wie das Schwefelstibäthyl, mit dem es überhaupt in seinen wesentlichsten Eigenschaften übereinkommt. An der Luft erleidet aber das Selenstibäthyl sehr bald eine Zer- setzung, indem Selen abgeschieden wird. Wir haben diese Verbindung nicht analysirt, weil wir überzeugt sind, dass sie dieselbe Zusammensetzung, wie das Schwefelstibä- thyl hat.

Das Selenstibäthyl besteht daher aus:

|        |             |     |         |
|--------|-------------|-----|---------|
| 12 At. | Kohlenstoff | 72  | . 24,32 |
| 15 »   | Wasserstoff | 15  | . 5,06  |
| 1 »    | Antimon     | 129 | . 43,59 |
| 2 »    | Selen       | 80  | . 27,03 |
|        |             | 296 | 100,00. |

Formel: Stä Se.

### Stibäthyl und Jod.

Jod und Stibäthyl vereinigen sich unter Wasser augenblicklich unter starker Wärmeentwicklung. Setzt man zu einer ätherischen Stibäthyllösung Jod, so findet momentan ein heftiges Kochen statt, und das Jod ver- schwindet eben so schnell, als wenn es in eine reine Ka-

lösung gebracht wird. Man stellt die Jodverbindung am vortheilhaftesten dar, indem man zu einer weingeistigen Lösung von Stibäthyl, welche man in eine Kältemischung bringt, in kleinen Quantitäten so lange Jod setzt, als dessen Farbe verschwindet, und die erhaltene, vollkommen farblose Lösung der freiwilligen Verdunstung überlässt. Das Jodstibäthyl krystallisirt aus der Lösung in vollkommen farblosen, durchsichtigen, oft  $\frac{1}{2}$ " langen Nadeln, die man, um die Verbindung vollkommen rein zu erhalten, zuerst aus der weingeistigen, und dann aus der ätherischen Lösung umkrystallisirt; diess ist nöthig, weil sich fast immer noch eine kleine Menge eines in Aether unlöslichen, gelbgefärbten Pulvers bildet, welches eine Verbindung Jods mit Aethylstibyl ist. In unserer ersten Abhandlung haben wir angeführt, dass öfters im Stibäthyl farblose Krystalle erscheinen, welche Jod enthalten, diese Krystalle sind Jodstibäthyl. Dasselbe besitzt einen schwachen Geruch nach Stibäthyl und einen stark bitteren Geschmack. Von Weingeist und Aether wird es sehr leicht aufgenommen; auch im Wasser ist es, ohne eine Zersetzung zu erleiden, löslich. Aus der heiss gesättigten, wässrigen Lösung scheidet sich der grösste Theil wieder in Krystallen aus; eine Jodbestimmung der aus der wässrigen Lösung ausgeschiedenen Verbindung gab das gleiche Resultat, wie die Analyse der aus Weingeist oder Aether erhaltenen Krystallen. Das Jodstibäthyl schmilzt bei  $70,5^{\circ}$  zu einer vollkommen farblosen, durchsichtigen Flüssigkeit, welche bei der gleichen Temperatur wieder krystallinisch erstarrt; erhitzt man dasselbe auf  $100^{\circ}$  und lässt man es längere Zeit in dieser Temperatur, so sublimirt ein kleiner Theil unverändert, erhöht man aber die Temperatur nur mässig, so tritt die Zersetzung unter Bildung dicker, weisser

Dämpfe ein; eine Jodausscheidung wird dabei nicht beobachtet. Kalium bewirkt im geschmolzenen Jodstibäthyl augenblicklich die Reduction. Gegen Metallsalze verhält sich das Jodstibäthyl ganz wie eine Lösung von Jodkalium. In einer Sublimatlösung bewirkt Jodstibäthyl einen rothen Niederschlag, welcher sich in einem Ueberschuss desselben wieder vollständig löst. Salzsäure zersetzt das Jodstibäthyl augenblicklich unter Bildung von Chlorstibäthyl; Chlor und Brom setzen das Jod in Freiheit; das Gleiche bewirkt Salpetersäure unter Bildung von salpetersaurem Stibäthyloxyd. Concentrirte Schwefelsäure verhält sich zu Jodstibäthyl wie zu Jodkalium; es entwickelt sich sogleich ein dicker Dampf von Jodwasserstoff; gleichzeitig wird Jod frei unter Bildung von schwefliger Säure.

Die Verbrennung geht mit Kupferoxyd leicht von statten, wenn der vordere Theil der Verbrennungsröhre mit Kupferdrehspäne angefüllt wird. Die Jodbestimmung geschah durch salpetersaures Silberoxyd. Die im Wasserbade geschmolzene Verbindung wurde in Weingeist gelöst, und die Lösung durch salpetersaures Silberoxyd gefällt. Es wurde zuerst die weingeistige Lösung des salpetersauren Stibäthyloxyds an einem dunklen Orte abfiltrirt und das Jodsilber anfangs mit ein wenig Weingeist und dann mit Wasser ausgewaschen.

1. 1,160 Gramm Substanz gaben:

0,636 Gr. Kohlensäure = 14,94 % Kohlenstoff.

0,344 » Wasser = 3,28 % Wasserstoff.

2. 1,462 Gramm Substanz gaben:

0,805 Gr. Kohlensäure = 15,05 % Kohlenstoff.

0,431 » Wasser = 3,21 % Wasserstoff.

3. 1,213 Gramm Substanz gaben:  
 0,648 Gr. Kohlensäure = 14,60 % Kohlenstoff,  
 0,358 » Wasser = 3,24 % Wasserstoff.

4. 1,105 Gramm Substanz gaben:  
 0,610 Gr. Kohlensäure = 15,11 % Kohlenstoff.

5. 0,641 Gramm Substanz gaben:  
 0,190 Gr. Wasser = 3,26 % Wasserstoff.

6. 0,400 Gramm Substanz gaben:  
 0,405 Gr. Jodsilber = 54,07 % Jod.

7. 0,560 Gramm Substanz gaben:  
 0,560 Gr. Jodsilber = 54,18 % Jod.

8. 0,600 Gramm Substanz gaben:  
 0,596 Gr. Jodsilber = 53,70 % Jod.

|                    |     |        |          |        |        |       |
|--------------------|-----|--------|----------|--------|--------|-------|
|                    |     |        | gefunden |        |        |       |
| 12 At. Kohlenstoff | 72  | 15,32  | 14,94    | 15,05  | 14,60  | 15,11 |
| 14 » Wasserstoff   | 15  | 3,19   | 3,27     | 3,21   | 3,24   | 3,26  |
| 1 » Antimon        | 129 | 27,45  | 27,72    | 27,56  | 27,46  |       |
| 2 » Jod            | 254 | 54,04  | 54,07    | 54,18  | 53,70  |       |
|                    | 470 | 100,00 | 100,00   | 100,00 | 100,00 |       |

Formel: Stä Jd<sub>2</sub>.

### Stibäthyl und Brom.

Bringt man in Brom Stybäthyl, so entzündet sich jeder Tropfen, welcher mit dem Brom in Berührung kommt. Das reine Bromstibäthyl erhält man leicht auf folgende Weise: Zu einer weingeistigen Stibäthyllösung fügt man nach und nach so lange eine frisch bereitete, weingeistige Lösung von Brom, als noch dessen Farbe verschwindet. Um eine zu heftige Einwirkung zu vermeiden, muss das Gefäss, in welchem sich die Stibäthyl-lösung befindet, durch Eis abgekühlt werden. Man vermischt nun die Lösung mit einer grossen Menge Wasser,