

$\text{MoOCl}_3(\text{OH}) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Ber. Mo 26,6, Cl 29,4,
Gef. » 27,4, 26,8, 26,8, » 29,2, 29,0, 28,4.

Mit der weiteren Untersuchung dieser halogenisirten Molybdänate sind wir noch beschäftigt, ebenso mit der Frage, ob entsprechende Wolframate existiren.

86. Leroy Wiley McCay und William Foster jr.: Ueber die Trisulfoxyarsensäure.

[Vorläufige Mittheilung.]

(Eingegangen am 4. Februar 1904.)

Bei der Einwirkung von Magnesiumoxyd auf in Wasser suspendirtes, frisch dargestelltes Arsenpentasulfid haben wir eine Lösung erhalten, aus der, nach dem Entfernen des gelösten Magnesiums mittels Natriumhydroxyds als Magnesiumhydroxyd, es uns gelungen ist, das tertiäre Natriumsalz der Trisulfoxyarsensäure¹⁾ zu isoliren.

Wir setzen einfach Alkohol zu der so bereiteten und abgekühlten Lösung hinzu, worauf das Salz bei starker Kälte sich allmählich abscheidet, und zwar in federigen Krystallen, die beim Stehenlassen in Berührung mit der Flüssigkeit in schöne, farnkrautähnliche Formen übergehen. Durch Umkrystallisiren²⁾ lassen sie sich rein erhalten. Abfiltrirt, mit 50-procentigem Alkohol ausgewaschen, zwischen Fließpapier abgepresst und durch Fächeln schnell getrocknet, erscheint das Salz rein weiss. Proben, die nicht ganz rein sind, haben höchstens einen Stich in's Gelbe. In Wasser aufgelöst und in der Kälte mit einigen Tropfen von Weinland's Reagens³⁾ versetzt, bleibt die Lösung zunächst klar und farblos. Beim Stehenlassen bzw. beim Erhitzen wird sie gelb, und es scheidet sich Schwefelantimon aus ihr aus. Wird die verdünnte Lösung des Salzes mit Salzsäure stark angesäuert, heftig geschüttelt und sofort filtrirt, so erhält man ein klares Filtrat, welches beim Kochen sich nur schwach trübt. Macht man den Versuch mit einer gleichen Menge des Natriumdisulfoxyarsenats, in demselben Volumen Wasser aufgelöst, so wird das Filtrat beim Erhitzen rasch und stark getrübt. In beiden Fällen entwickelt sich Schwefelwasserstoff. Eine mässig verdünnte Lösung des Salzes, mit einer Lösung

¹⁾ Siehe hierüber die Arbeit von Foster, Zeitschr. für anorgan. Chem. 37, 64 [1903].

²⁾ Aus Wasser unter Zusatz von etwas Natronlauge.

³⁾ Eine Lösung von 10 g Brechweinstein und 20 g Kaliumnatriumtartrat in 170 g Wasser. Zeitschr. für anorgan. Chem. 26, 327 [1901].

von Baryumchlorid versetzt, giebt allerdings einen Niederschlag, und dieser Niederschlag ist silberglänzend und flimmernd und sieht jenem von Baryumdisulfoxyarsenat täuschend ähnlich, allein er entsteht höchst langsam, viel langsamer als der Niederschlag vom Baryumsalz der Disulfoxyarsensäure. Es ist höchstwahrscheinlich Baryumtrisulfoxyarsenat. Löst man 0.03 g des Natriumdisulfoxyarsenats in 10 ccm Wasser, sowie eine gleiche Menge des Natriumtrisulfoxyarsenats in demselben Volumen Wasser auf und prüft jede Lösung mit Baryumchlorid, so entsteht beim heftigen Schütteln der beiden Proben der Niederschlag von Baryumdisulfoxyarsenat fast augenblicklich, während jener von Baryumtrisulfoxyarsenat erst träge zum Vorschein kommt. Auch ist die Menge des Trisulfoxyosalzes, welches sich bei dem Versuch abscheidet, bedeutend geringer als die der Disulfoxyverbindung. Von den beiden sulfoxyarsensauren Salzen ist also das Baryumtrisulfoxyarsenat das löslichere.

Die Ausbeuten sind höchst zufriedenstellend. Bei einer Operation haben wir ein Mal nicht weniger als 30 g des Natriumsalzes erhalten.

I. Analyse des mittels Alkohols direct gewonnenen Salzes.

$\text{Na}_3\text{AsOS}_3 + 11\text{H}_2\text{O}$. Ber. N 15.22, As 16.50, S 21.16, H_2O 43.60.
Gef. » 15.58, » 16.71, » 20.26, » 43.19.

II. Analyse des mittels Alkohols umkrystallisirten Salzes.

$\text{Na}_3\text{AsOS}_3 + 11\text{H}_2\text{O}$. Ber. N 15.22, As 16.50, S 21.16, H_2O 43.60.
Gef. » 15.88, » 16.78, » 20.70, » 43.16.

Eine Probe der direct dargestellten Verbindung, die bei der Analyse einen Gehalt von 20.80 pCt. Schwefel zeigte, lieferte nach der ersten Umkrystallisation 21.31 pCt. und nach der zweiten 21.25 pCt. Schwefel.

Das Salz verwittert leicht im heissen Zimmer; deshalb muss man gegebenen Falls bei dem Trocknen der Krystalle möglichst schnell arbeiten.

Weiteres über die Trisulfoxyarsensäure folgt möglichst bald.

Princeton, New Jersey, 18. Januar 1904.