

Kristallines Molybdäntrisulfid

(Präparative Homogenfällung durch Komplexacidolyse, 6. Mitt.¹)

Kurze Mitteilung

Von

Erich Hayek und **Ursula Pallasser**

Aus dem Institut für Anorganische und Analytische Chemie
der Universität Innsbruck

(Eingegangen am 10. August 1968)

Die Darstellung eines der Formel MoS_3 entsprechenden Molybdän-sulfides ist auf verschiedenem Wege möglich. Wie jedoch besonders neuere Untersuchungen von *Wilderjanck* und *Jellinek*² ergeben haben, erweisen sich alle diese Präparate gegenüber Röntgenstrahlung als nicht kristallin. Auch unsere Wiederholung der Darstellung des einzigen als kristallin bezeichneten Präparates³ ergab, daß dieses röntgenamorph ist.

Wie schon mehrfach, bewährte sich auch hier die Methode der Homogenfällung durch Komplexacidolyse. Durch einfaches Wegkochen des NH_3 aus einer Ammonthiomolybdatlösung oder durch homogene Acidifizierung mittels Hydrolyse von Acetessigester wird formelgerechtes MoS_3 erhalten, welches wenige, aber sehr scharfe Röntgeninterferenzen gibt. WS_3 kann auf analoge Weise nicht erhalten werden, es tritt teilweise Hydrolyse ein.

Es wurde zunächst nach der Methode von *Krüss*⁴ Ammonthiomolybdat hergestellt und dieses mit ausreichenden etwa gleichen Mengen konz. NH_3 und Wasser in der Wärme in Lösung gebracht. Die Zersetzung des Thiomolybdates durch Wegkochen von NH_3 und H_2S erfolgt am besten im bewegten Rotationsverdampfer ohne Anwendung eines Vakuums unter Einhaltung des Anfangsvolumens durch Nachfüllen von Wasser. So scheidet

¹ 5. Mitt.: *E. Hayek* und *H. Gleispach*, Mh. Chem. **97**, 1059 (1966).

² *J. C. Wilderjanck* und *F. Jellinek*, Z. Anorg. Allgem. Chem. **328**, 309 (1964).

³ *L. Debucquet* und *L. Velluz*, Bull. Soc. Chim. France [4] **51**, 1571 (1932).

⁴ *G. Krüss*, Ann. Chem. **225**, 40 (1884).

sich kein Niederschlag an den Kolbenwänden ab. Bei Anwendung von Essigester kann im feststehenden Kolben zum Sieden erhitzt werden. In beiden Fällen dauert die Ausfällung etwa 2 Tage. Das Präparat wird durch eine Glasfilternutsche abgetrennt, zuerst mit heißem Wasser, dann mit Äthanol und schließlich mit CS_2 gewaschen und im Vakuumexsikkator getrocknet. Es liegt ein schwarzbraunes Pulver vor. Unter dem Mikroskop latten- oder trapezförmige Blättchen von maximal 0,5 mm Länge; wenn dünn, gelbrot durchscheinend, doppelbrechend.

MoS_3 kann auch durch thermische Zersetzung des $(\text{NH}_4)_2\text{MoS}_4$ im H_2S -Strom bei etwa 200° hergestellt werden, wobei auf völliges Fernhalten von Feuchtigkeit zu achten ist. Das Röntgendiagramm dieses Präparates ist jedoch wesentlich schlechter ausgebildet als das Diagramm des durch Homogenfällung gewonnenen Sulfides.

Analyse

Das Molybdän wurde durch Abröstung im Luftstrom bei 425° als MoO_3 bestimmt, der Schwefel nach Oxydation in $\text{NH}_3\text{—H}_2\text{O}_2$ -Lösung als BaSO_4 .

MoS_3 .	Ber. Mo 49,93,	S 50,07.
	Gef. Mo 48,8, 49,0,	S 49,8, 50,1.

Röntgendiagramm:

Es wurde mit einem Röntgendiffraktometer, Siemens Kristalloflex IV, durch Cu-K_α -Strahlung aufgenommen. Die angegebenen Intensitäten entsprechen den relativen Schreiberausschlägen.

MoS_3 , homogengefällt

ϑ	Intensität
9,9	100
10,5	44
16,2	84
17,6	30