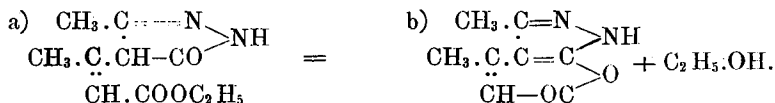


und auf Ton abgepreßt. Ausbeute 0.6 g. Das so erhaltene Produkt wird aus siedendem Aceton umkrystallisiert, woraus es in schönen, zu Rosetten angeordneten Krystalldrusen erscheint. Der Schmelzpunkt liegt bei 119—126° (entsprechend dem des  $\alpha$ -Cholestanols). Beim Zusammenmischen mit  $\alpha$ -Cholestanol findet keine Schmelzpunktsdepression statt. Da auch der Schmelzpunkt der Benzoylverbindung (130—131°) identisch ist mit dem des  $\alpha$ -Cholestanolbenzoats, so ist an der Identität der beiden Produkte nicht zu zweifeln.

### 98. Ludwig Wolff und Wilh. Schreiner: Lactone der Pyrazolreihe.

(Eingeg. am 5. Februar 1908; mitget. in der Sitzung von Hrn. J. Houben.)

Das Azin des Acetessigesters geht beim Erhitzen unter Abspaltung von Alkohol in eine bei 246° schmelzende Verbindung über, die auch beim Schmelzen des Kondensationsproduktes von 3-Methylpyrazolon und Acetessigester (Ester, Schmp. 186°) entsteht:

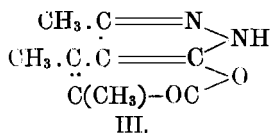
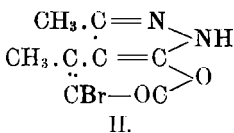
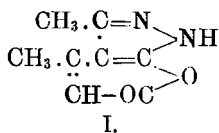


Letztere Bildungsweise und die Überführbarkeit der Verbindung mittels Natronlauge in eine, um 1 Mol. Wasser reichere Säure (Schmp. 145°) sind die Anhaltspunkte gewesen, welche die Lactonformel als wahrscheinlich erscheinen ließen<sup>1)</sup>. Es war wünschenswert, diese Annahme noch weiter zu stützen und insbesondere festzustellen, ob die Säure sich wieder in das Lacton zurückverwandeln läßt. Die diesbezüglichen, im folgenden beschriebenen Versuche enthalten den Beweis, daß die Verbindung ein Lacton im Sinne der gegebenen Formulierung ist.

Das Lacton (I) gibt ein Acetylderivat und verbindet sich als ungesättigter Körper leicht mit 2 Atomen Brom zu einem gelben Produkt, das sehr leicht unter Abspaltung von Bromwasserstoff in das gebromte Lacton (II) übergeht. Wir haben ferner das methylierte Lacton (III)

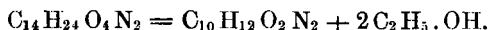
<sup>1)</sup> Diese Berichte 38, 3036 [1905]; vergl. Stollé, diese Berichte 38, 3023 [1905].

in den Kreis der Untersuchung gezogen und weitgehende Übereinstimmung im Verhalten der Verbindungen feststellen können. Sie

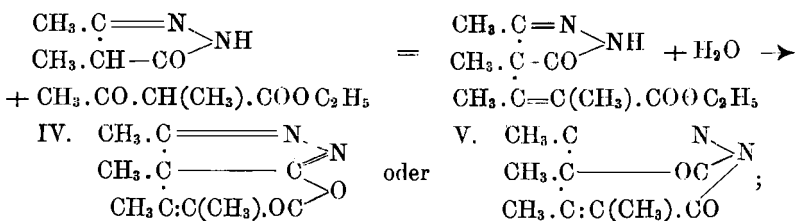


werden durch kalte Natronlauge zu den um 1 Molekül Wasser reicheren Säuren aufgespalten, die beim Erwärmen mit Salzsäure die Lactone regenerieren. Besonders leicht erfolgt diese Wasserabspaltung bei den von Formel II und III sich ableitenden Säuren — es genügt schon heißes Wasser —, während bei der zu I gehörigen, früher schon beschriebenen Säure (Schmp. 145°) die Spaltung in Kohlensäure und Isopropylen-3-methylpyrazolon überwiegt. Erwähnenswert ist noch, daß die drei Säuren im Gegensatz zu den entsprechenden Lactonen sich in verdünnter Salzsäure leicht lösen.

Analog dem Azin des Acetessigesters zersetzt sich auch, wider unsern Erwartungen, das Azin des Methylacetessigesters beim Erhitzen in einen Körper mit dem ausgesprochenen Verhalten eines Lactons:



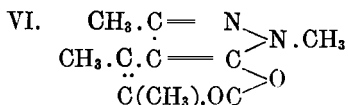
Dieselbe Verbindung läßt sich auch durch Erhitzen von 3.4-Dimethylpyrazolon mit Methylacetessigesters erhalten. Unter der sehr wahrscheinlich richtigen Voraussetzung, daß hier die Kondensation in der gleichen Weise wie beim 3-Methylpyrazolon erfolgt, muß das Wasserstoffatom der Imidgruppe bei der Alkoholabspaltung herangezogen werden:



Eine endgültige Entscheidung, ob hier ein Lacton, das sich von der Methylenform des Pyrazols<sup>1)</sup> ableitet, oder ein Lactim vorliegt, kann bis jetzt nicht getroffen werden. Nach unserer Meinung hat die Lactonformel die größere Wahrscheinlichkeit für sich, weil der Lactonring sich sehr leicht, schon durch kaltes Barytwasser aufspalten läßt.

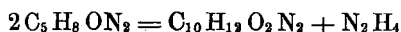
<sup>1)</sup> L. Knorr und Öttinger, Ann. d. Chem. **279**, 247.

Bezüglich der Bildung des Körpers aus 3,4-Dimethylpyrazolon wurde festgestellt, daß eine Verschiebung der Methylgruppe von Kohlenstoff(4) an Stickstoff(1) nicht eintritt, mithin die Formel



außer Betracht bleibt, denn dieses zum Vergleich von uns dargestellte Lacton erwies sich als isomer mit dem obigen.

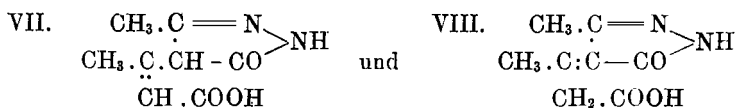
Es war ferner nicht ausgeschlossen, daß das 3,4-Dimethylpyrazolon für sich allein, ohne Mithilfe des Methylacetessigesters, nach der Gleichung



in das fragliche Lacton übergehen könnte, und in dieser Annahme wurden wir anfänglich bestärkt, als wir beim Erhitzen von Dimethylpyrazolon mit Acetessigester nicht das erwartete niedere Homologe, sondern dasselbe Lacton wie mit Methylacetessigester erhielten; die Ausbeute war freilich sehr schlecht.

Wie man nun auch diese Reaktion erklären mag, sicher ist jedenfalls, daß der Methylacetessigester sich an der Umsetzung beteiligt, denn bei Verwendung des Äthylacetessigesters entsteht das höhere Homologe. —

Es wurden früher zwei Carbonsäuren des 4-Isopropylen-3-methylpyrazolons beschrieben, deren Konstitution durch die Formeln

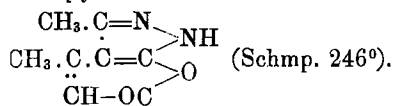


zum Ausdruck gebracht wurde. Die eine Säure (Schmp. 131°) entsteht aus dem Azin des Acetessigesters, die andere (Schmp. 145°) aus dem Lacton der Isopropylen-3-methyl-5-oxypyrazolcarbonsäure (Schmp. 246°) mit kalter Natronlauge. Da nun dieses Lacton, wie oben bereits erwähnt wurde, sehr leicht aus dem Ester (Schmp. 186°) sich bildet, so hatten wir erwartet, daß letzterer bei der Verseifung die gleiche Säure (Schmp. 145°) liefern würde wie das Lacton. Dies ist aber nicht der Fall; die Säuren sind isomer, zeigen aber in ihrem Verhalten große Ähnlichkeit. Es existieren jetzt drei Säuren, die auf Grund ihrer Bildungsweise und der leicht erfolgenden Spaltung in Kohlensäure und 4-Isopropylen-3-methylpyrazolon als Carbonsäuren dieses Pyrazolonderivates anzusehen sind.

Zum Studium der Isomerieerscheinung sind diese Säuren wegen ihrer großen Zersetzlichkeit nicht besonders geeignet; als Ursache der

Isomerie sehen wir die verschiedene Lage der Doppelbindung und räumliche Anordnung an.

I. Abkömmlinge des Lactons der Isopropylen-methyloxy-pyrazol-carbonsäure:



Diese Verbindung läßt sich am leichtesten in reinem, farblosen Zustand erhalten durch Erhitzen des Azins des Acetessigesters auf 150—180°; der Rückstand wird mit wenig Alkohol ausgezogen und aus heißem Alkohol umkrystallisiert.

Das Acetylderivat bildet sich bei einstündigem Kochen von 2 Teilen Lacton mit 3 Teilen Essigsäureanhydrid und krystallisiert beim Erkalten der Lösung aus. Aus warmem Benzol kommt es in farblosen Nadeln heraus, die bei 184° schmelzen und sich in verdünnter Salzsäure oder Natronlauge nicht lösen.

$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_2$ . Ber. C 58.2, H 4.8, N 13.6.

Gef. » 58.2, » 4.9, » 13.7.

Heiße konzentrierte Salzsäure nimmt die Verbindung langsam auf, und Wasser scheidet dann das durch Verseifung zurückgebildete Lacton (Schmp. 246°) aus.

Bromiertes Lacton. (Formel II, S. 551).

Molekulare Mengen des Lactons und Broms, in wasserfreier Essigsäure oder Chloroform gelöst, wirken sofort aufeinander ein unter Abscheidung gelber Krystalle, die wohl das Dibromadditionsprodukt des Lactons vorstellen. Sie halten sich bei Abschluß jeder Spur, Wassers ziemlich gut, werden aber an feuchter Luft oder in Berührung mit Alkohol weiß. Beim Betupfen mit Wasser oder Soda-lösung nehmen sie zunächst eine tiefrote Farbe an, die alsbald in weiß umschlägt. Es entsteht dabei unter Abgabe von Bromwasserstoff das beständige, weiße Monobromsubstitutionsprodukt; die Empfindlichkeit des gelben Körpers gegen Feuchtigkeit macht es verständlich, daß bei den Brombestimmungen zu niedrige Werte erhalten wurden.

Das Monobromderivat des Lactons krystallisiert aus heißem Alkohol in Nadeln, die bei etwa 218° unter Bräunung hochgehen.

0.1838 g Sbst.: 0.2662 g  $\text{CO}_2$ , 0.0484 g  $\text{H}_2\text{O}$ . — 0.1880 g Sbst.: 18.8 ccn N (15°, 758 mm). — 0.2082 g Sbst.: 0.1615 g AgBr.

$\text{C}_8\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2\text{Br}$ . Ber. C 39.5, H 2.9, N 11.5, Br 32.9.

Gef. » 39.5, » 2.9, » 11.8, » 33.0.

Es ist in den gebräuchlichen Solvenzien und Soda schwer löslich, leicht in konzentrierter Salzsäure und wird daraus durch Wasser in

Form feiner Nadelchen unverändert ausgefällt. Natronlauge nimmt das Lacton leicht auf unter Bildung des in Nadeln krystallisierenden Salzes, das mit Salzsäure wieder in das Lacton übergeht. Läßt man aber das Lacton mit überschüssiger 5-proz. Natronlauge einige Stunden stehen oder erwärmt man kurze Zeit, so geht das Salz in Lösung, und Salzsäure fällt nun die durch Aufspaltung des Lactonringes entstandene, um 1 Mol. Wasser reichere Säure als feinkörnige Masse aus.

Zur Analyse wurde sie in Natriumbicarbonat gelöst und bei 0° mit Salzsäure ausgefällt.

0.1579 g Sbst.: 0.2118 g CO<sub>2</sub>, 0.0526 g H<sub>2</sub>O. — 0.1377 g Sbst.: 13 ccm N (14°, 736 mm). — 0.2045 g Sbst.: 0.1496 g AgBr.

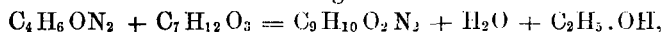
C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub> Br. Ber. C 36.78, H 3.44, N 10.72, Br 30.65.

Gef. » 36.58, » 3.70, » 10.86, » 31.13.

Die Säure löst sich schwer in Wasser, Äther und Chloroform, leicht in verdünnter Salzsäure, gibt rote Eisenchloridreaktion und schmilzt unter Bräunung und Gasentwicklung bei 145°. Ihre Lösung in 5-proz. Salzsäure scheidet beim Erwärmen das Lacton aus.

Methyliertes Lacton. (Formel III, S. 551),

Es entsteht nach der Gleichung:



wenn man 1 Teil 3-Methylpyrazolon mit 2 Teilen Methylacetessigester auf 130—140° und schließlich bis zur Beendigung der Dampfbildung auf 180° erhitzt<sup>1)</sup>. Der krystallinische Rückstand wird mit etwas Alkohol ausgewaschen und aus heißem Alkohol umkrystallisiert.

0.1750 g Sbst.: 0.3866 g CO<sub>2</sub>, 0.0918 g H<sub>2</sub>O. — 0.1577 g Sbst.: 20.5 ccm N (14°, 754 mm).

C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 60.67, H 5.61, N 15.72.

Gef. » 60.30, » 5.82, » 15.34.

Farblose, lange Nadeln, die bei 253° schmelzen, in Äther oder Sodalösung schwer löslich sind und keine Eisenchloridreaktion zeigen. Leicht löslich in konzentrierter Salzsäure und daraus mit Wasser unverändert fällbar. Kalte Natronlauge führt das Lacton in das ziemlich schwer lösliche Salz über, das in Berührung mit überschüssiger Lauge sich in 1—2 Tagen auflöst und unter Sprengung des Lactonringes in das Salz der

Isobutylmethylpyrazolon-carbonsäure

übergeht. Die Säure fällt beim Ansäuern mit Essigsäure als feinkörnige Masse aus, die bei etwa 162° unter Gasentwicklung schmilzt.

<sup>1)</sup> Dimethylacetessigester wirkt auf Methylpyrazolon bei 190° nicht ein.

0.1798 g Sbst.: 0.3330 g CO<sub>2</sub>, 0.1032 g H<sub>2</sub>O. — 0.1490 g Sbst.: 16.9 ccm N (20°, 755 mm).

C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O. Ber. C 50.46, H 6.54, N 13.1.

Gef. » 50.51, » 6.37, » 13.1.

Der Analyse zufolge enthält die Säure 1 Mol. Wasser; dieses entweicht bei 75—80°, doch findet dabei eine weitere kleine Gewichtsabnahme infolge Zersetzung statt.

Leicht löslich in Soda und verdünnter Salzsäure, schwer in Äther und Benzol, gibt rote Eisenchloridfärbung. Beim Erwärmen mit 5-proz. Salzsäure wird die Säure ziemlich glatt in ihr Lacton (Schmp. 253°) zurückverwandelt; dieselbe Umsetzung erfährt sie auch durch kochendes Wasser, doch wird hierbei ziemlich viel Kohlensäure abgespalten.

Dimethyliertes Lacton. (Formel VI, S. 552).

Das zur Darstellung des Lactons erforderliche 1.3-Dimethylpyrazolon wurde nach Knorrs<sup>1)</sup> Angaben dargestellt, indem 12 g Methylhydrazinsulfat und 10.8 g Acetessigester mit einer Lösung von 3.8 g Natrium in Methylalkohol gekocht wurden; es ist in Wasser leicht löslich und schmilzt nach dem Umkrystallisieren aus Chloroform bei 100—105°.

Ber. N 25.00. Gef. N 24.72.

Dieses Dimethylpyrazolon liefert beim Erhitzen mit Methylacetessigester auf 150—180° das Lacton, das aus heißem Alkohol in langen Nadeln vom Schmp. 181° krystallisiert.

C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 62.50, H 6.25, N 14.60.

Gef. » 62.35, » 6.40, » 14.89.

Das Lacton ist in kalter Natronlauge kaum löslich und wird beim Erwärmen damit zersetzt; es ist isomer mit dem

Lacton der Isobutylendimethyloxy-pyrazol-carbonsäure  
(Formel IV, S. 551).

Diese Verbindung läßt sich am leichtesten durch 1—2-stündiges Erhitzen des Azins des Methylacetessigesters auf 200—230° erhalten. Der Rückstand wird mittels Alkohol von dunkeln, öligen Produkten befreit und durch Umkrystallisieren aus kochendem Wasser von einem zweiten, in kleiner Menge entstehenden Körper abgetrennt. Sie entsteht auch, wie zu erwarten war, wenn man 3.4-Dimethylpyrazolon mit der 2<sup>1</sup>/<sub>2</sub>-fachen Menge Methylacetessigester im Rohr auf 220° 8—10 Stunden erhitzt; daneben treten übelriechende, ölige Produkte auf. Merkwürdig und bisher nicht aufgeklärt, ist die Bildung des

<sup>1)</sup> Meder, Dissertation. Jena 1901.

Lactons beim Erhitzen von Dimethylpyrazolon mit reinem Acetessigester (Kahlbaum); die Ausbeute läßt hier sehr zu wünschen übrig, was in Anbetracht der stattfindenden Umlagerung, die in einer Wanderung der Methylgruppe bestehen dürfte, verständlich ist. Die auf den drei verschiedenen Wegen erhaltenen Körper wurden analysiert und genau identifiziert.

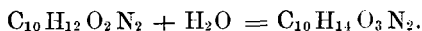
0.2062 g Sbst.: 0.4712 g CO<sub>2</sub>, 0.1186 g H<sub>2</sub>O. — 0.1297 g Sbst.: 16.6 ccm N (18°, 744 mm).

C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 62.50, H 6.25, N 14.58.

Gef. » 62.32, » 6.39, » 14.70.

Aus viel kochendem Wasser krystallisiert das Lacton in langen, weißen, bei 178° schmelzenden Nadeln, die in konzentrierter Salzsäure leicht, in Äther und Sodalösung sehr schwer löslich sind. Gibt keine Eisenchloridreaktion; auch kochende 25-prozentige Salzsäure oder Essigsäureanhydrid, ferner Semicarbazid- und Hydroxylaminchlorhydrat sind ohne Einwirkung.

Natronlauge löst das Lacton nur langsam auf, sofort aber beim gelinden Erwärmen, und die Lösung enthält dann das Salz der durch Aufspaltung des Lactonringes entstandenen Säure:



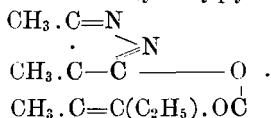
Diese zu isolieren, gelang uns nicht, weil sie sehr leicht in das Lacton übergeht; wir haben deshalb ihr Bariumsalz dargestellt, indem wir das Lacton mit Barytwasser kurze Zeit erwärmten, die erkaltete Lösung mittels Kohlensäure vom überschüssigem Baryt befreiten und im Vakuum zur Trockne brachten. Der Rückstand wurde in Wasser aufgenommen, und das Filtrat über Schwefelsäure eingengt, wobei das Salz in Form leicht löslicher Prismen auskrystallisierte. Es zeigt rote Eisenchloridfärbung.

0.2004 g Sbst.: 0.0827 g BaSO<sub>4</sub>.

(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub>)<sub>2</sub>Ba. Ber. Ba 24.68. Gef. Ba 24.3.

Die wäßrige Lösung des Salzes scheidet beim Ansäuern mit Salzsäure oder beim Einleiten von Kohlensäure im Verlauf einiger Stunden die feinen Nadeln des Lactons ab, sehr rasch erfolgt diese Rückbildung beim Erwärmen. Beim Kochen des Natriumsalzes mit Natronlauge findet eine Zersetzung nicht statt.

Lacton der Isoamylen-dimethyloxy-pyrazol-carbonsäure,



1 Tl. 3.4-Dimethylpyrazolon und 3 Tle. Äthylacetessigester geben bei 8-stündigem Erhitzen im Rohr auf 200—210° eine von scharf riechendem Öl durchdrungene Krystallmasse, welche mittels Sodalösung

von unverändertem Dimethylpyrazolon befreit und aus kochendem Wasser umkrystallisiert wurde.

0.1946 g Sbst.: 0.4547 g CO<sub>2</sub>, 0.1208 g H<sub>2</sub>O. — 0.1426 g Sbst.: 16.7 ccm N (13°, 751 mm).

C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Ber. C 64.08, H 6.8, N 13.6.

Gef. » 63.73, » 6.9, » 13.8.

Das Lacton bildet lange, farblose Nadeln, die bei 132° schmelzen und sich in Methylalkohol und heißem Wasser ziemlich leicht lösen. Von kalter Natronlauge wird es nur langsam, rasch in der Wärme aufgenommen, und die Lösung scheidet nach dem Aufkochen mit Salzsäure das Lacton wieder aus.

#### H. Verseifung des Isopropylen-methylpyrazolon-carbonsäureesters (Formel a, S. 550).

Zur Darstellung des Esters haben wir das früher<sup>1)</sup> angegebene Verfahren etwas abgeändert. Man löst 4 g 3-Methylpyrazolon in 70 ccm heißem Wasser, das 0.5 g Natriumhydroxyd enthält, auf, kühlt rasch ab und setzt 10 g Acetessigester hinzu. Nach 6 Stdn. wird von dem ausgeschiedenen Ester (5 g) abfiltriert; das Filtrat scheidet im Verlauf von 8—10 Stdn. nochmals Ester ab (2 g), der aber meist durch etwas Lacton (Schmp. 246°) verunreinigt ist.

Die Bildung des Lactons ist auf eine sekundäre Reaktion zurückzuführen, denn der Ester geht unter dem Einfluß kalter Sodalösung unter Abspaltung von Alkohol direkt in das Lacton über; 1 g fein gepulverter Ester löste sich in 15 ccm 10-prozentiger Sodalösung langsam auf, und nach 2 Tagen waren 0.5 g des Lactons (Schmp. 246°) auskrystallisiert.

Durch kochende Natronlauge wird der Ester in 3-Methylpyrazolon, Aceton, Alkohol und Kohlensäure gespalten. Kalte Natronlauge bewirkt einfache Verseifung zu einer mit den zwei bekannten Isopropylenmethylpyrazoloncarbonsäuren isomeren Säure, die zufolge ihres Verhaltens ebenfalls eine

#### Isopropylen-3-methylpyrazolon-carbonsäure

ist. Zur Darstellung dieser Säure wurde die Lösung von 5 g des Esters in 65 ccm 6.2-prozentiger Natronlauge nach 6-tägigem Stehen auf 0° abgekühlt, und mit verdünnter Salzsäure in kleinem Überschuß gefällt; der Niederschlag wurde mit eiskaltem Wasser ausgewaschen und bei niedriger Temperatur an der Luft getrocknet.

I. 0.1722 g Sbst.: 0.2781 g CO<sub>2</sub>, 0.1020 g H<sub>2</sub>O. — 0.1372 g Sbst.: 15.1 ccm N (12°, 759 mm).

<sup>1)</sup> Diese Berichte **38**, 3038 [1905].



H. 0.1081 g Sbst.: 0.1754 g CO<sub>2</sub>, 0.0644 g H<sub>2</sub>O. — 0.1795 g Sbst.: 20.0 ccm N (15°, 755 mm).

C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>N<sub>2</sub> + 2H<sub>2</sub>O. Ber. C 44.03, H 6.42, N 12.84.  
Gef. » 44.05, 44.2, » 6.58, 6.62. » 13.17, 13.12.

Die Analysen I und II wurden mit Substanz verschiedener Darstellung ausgeführt. Die Säure hält sich bei 8–10° ziemlich gut, bei 20° nimmt sie sehr langsam an Gewicht ab und gibt das Krystallwasser im Vakuum rasch ab, wobei sie eine gelbliche Farbe annimmt. Die Gewichtsabnahme im Vakuum betrug nach 7 Stdn. 16.7 % (ber. für 2 H<sub>2</sub>O = 16.5 %), nach 24 Stdn. 17.6 % und dann ging die Zersetzung langsam weiter. Die wasserfreie Säure schmilzt bei etwa 90° unter Gasentwicklung, die wasserhaltige sintert von 100° ab, schmilzt bei 135–140° ziemlich klar durch und scheidet Krystalle von Isopropylenmethylpyrazolon (Schmp. 224°) aus. Wasser von 50–60° zersetzt die Säure ebenfalls in Isopropylenmethylpyrazolon und Kohlensäure.

Jena, 4. Februar 1908.

**99. Alfred Stock: Zur Kenntnis der Schwefelphosphorverbindungen. 2. Mitteilung<sup>1)</sup>: Über das Phosphorpentasulfid. (Mit W. Scharfenberg.)**

[Aus dem Chemischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 11. Februar 1908.)

Die folgende Mitteilung<sup>2)</sup> bildet die Fortsetzung meiner früher mit K. Thiel veröffentlichten Versuche<sup>1)</sup>. Wir machten damals eine Beobachtung, die darauf hinzudeuten schien, daß das Phosphorpentasulfid in zwei Modifikationen auftreten könne. Als wir es nämlich im hohen Vakuum destillierten und seine Dämpfe schnell abkühlten, bekamen wir ein zusammengesetztes Produkt, welches neben reinem P<sub>2</sub>S<sub>5</sub> vom Schmp. 276° noch ein anderes Sulfid enthielt. Letzteres schmolz unscharf von 255–275° und unterschied sich auch im Aussehen, durch die Dichte und die Löslichkeit in Schwefelkohlenstoff von dem gewöhnlichen Pentasulfid. Sein Molekulargewicht entsprach, wie die Bestimmung in siedendem Schwefelkohlenstoff zeigte, etwa dem Werte 360, d. h. es lag zwischen den für P<sub>2</sub>S<sub>5</sub> (222) und P<sub>4</sub>S<sub>10</sub>

<sup>1)</sup> 1. Mitteilung: Stock und Thiel, diese Berichte **38**, 2719 [1905].

<sup>2)</sup> Ausführlichere Angaben finden sich in der Inauguraldissertation von W. Scharfenberg, Berlin 1906.