

## Ninhydrin aus Chlor-nitro-indandion.

4.5 g Chlor-nitro-indandion und 9 ccm Nitrobenzol erhitzt man ebenso, wie bei der Darstellung des Ninhydrins aus Brom-nitro-indandion beschrieben ist. Ausbeute an Rohprodukt 1.4—1.9 g. Nach Umkrystallisieren aus wenig Wasser erhält man 0.8—1.6 g reines Ninhydrin (22.5—45% d. Th.). Schmp. 239°, Rotfärbung bei 125°.

5.960 mg Sbst.: 13.200 mg CO<sub>2</sub>, 1.760 mg H<sub>2</sub>O.

C<sub>9</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub> (178.05). Ber. C 60.67, H 3.37. Gef. C 60.40, H 3.30.

Nach Abdestillieren des Nitrobenzols mit Wasserdampf ist das Kühlrohr mit feinen weißen Krystallen bedeckt, und auch im Kolben scheiden sich nach dem Erkalten lange glänzende farblose Nadeln aus. Es handelt sich um reines Dichlor-indandion, Schmp. 124° (nach Th. Zincke<sup>10</sup>) 124—125°.

0.1000 g Sbst.: 0.1328 g AgCl.

C<sub>9</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub> (214.95). Ber. Cl 32.99. Gef. Cl 32.85.

Durch Behandlung des wäßrigen Filtrats mit *o*-Phenylendiamin erhält man 0.4 g des Phenazins, d. entspr. ungefähr 0.3 g Ninhydrin. Die Gesamtausbeute an Ninhydrin liegt also auch hier (in besten Fällen) sehr nahe um 50%.

### '205. Hans Vogel: Darstellung eines Tetracetyl-*d*-mannit-dibromhydrins.

(Aus Leitmeritz a. E. eingegangen am 17. Mai 1938.)

E. Fischer und F. Armstrong<sup>1)</sup> haben ein Tetracetyl-*d*-mannit-dichlorhydrin dargestellt, dem sie nach Analyse und Eigenschaften die Formel C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O)<sub>4</sub>Cl<sub>2</sub> gaben. In einer Anmerkung zu ihrer Arbeit bemerkten die beiden Forscher, daß es ihnen nicht gelang, eine analoge Bromverbindung des Mannits herzustellen.

Da ich für andere Zwecke das Tetracetyl-*d*-mannit-dibromhydrin benötigte, habe ich die betreffende Verbindung hergestellt. Die Darstellung dauert geraume Zeit.

Man läßt ein Gemisch von 10 g feingepulvertem Hexacetyl-mannit und 50 g einer kaltgesättigten Lösung von Bromwasserstoff in Eisessig 3 Mon. in einem fest verschlossenen Gefäß stehen, wobei man öfters einmal umrührt oder durchschüttelt. Die Umwandlung in die Bromverbindung erfolgt sehr langsam, wobei aber nur ein geringer Teil der gebildeten Verbindung in Lösung geht. Man gießt in Eiswasser, saugt ab, wäscht mit kaltem Wasser, trocknet auf Ton und krystallisiert aus heißem Alkohol um.

Das Tetracetyl-*d*-mannit-dibromhydrin bildet schöne farblose Tafelchen, die geruch- und geschmacklos sind. Es schmilzt sehr scharf bei 201° (korr.). Es ist unlöslich in kaltem und heißem Wasser, fast unlöslich in kaltem Alkohol. Löslich in 200 Tln. kochendem absol. Alkohol. Sehr schwer löslich in Äther. Leichter löslich in Chloroform und Benzol, besonders in der Wärme, etwas löslich in heißer Essigsäure, unlöslich in Petroläther.

Die Verbindung ist rechtsdrehend.  $[\alpha]_D^{20}$ : + 10.26° (c = 2.9216 in Chloroform).

0.2502 g Sbst.: 0.1963 g AgBr.

C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O)<sub>4</sub>Br<sub>2</sub>. Ber. Br 33.58, gef. 33.39.

<sup>10)</sup> B. 21, 499 [1888].

<sup>1)</sup> B. 35, 842 [1902].