573. L. Vanino und E. Uhlfelder:
 Ueber die Darstellung von Anisoylperoxyd.

(Eingegangen am 1. October 1904.)

Wir haben vor einiger Zeit über verschiedene organische Peroxyde berichtet. Es ist uns damals auch die Herstellung des Anisoylperoxydes gelungen, dessen Publication sich wegen der physiologischen Versuche verzögerte. Wir gestatten uns hiermit, dieselbe nachzuholen.

Ausgangsmaterial zur Darstellung bildet das bei 22° schmelzende Anisoylchlorid, welches meistens flüssig ist und beim Einstellen in Eis oder kaltes Wasser erstarrt. Dasselbe wird in Aceton gelöst und die Lösung unter stetem Rühren bei 0° allmählich in ein Gemisch von 3-procentigem, käuflichem Wasserstoffsuperoxyd und Pyridin eingetropft. Um zu guten Resultaten zu gelangen, werden am zweckmässigsten 10 g Chlorid mit 60 ccm Wasserstoffsuperoxyd und 5 ccm Pyridin in Wechselwirkung gebracht. Das zuerst ausfallende Oel wird bald fest und setzt sich als körniger, weisser Körper zu Boden. Wenn alles Chlorid eingetropft ist, überlässt man die Flüssigkeit sich selbst und lässt zur vollständigen Reaction ungefähr noch 12 Stunden stehen. Hierbei ist es nicht nöthig, von aussen mit Wasser zu kühlen.

Der körnige, weisse Niederschlag wird abfiltrirt, mit Wasser gut ausgewaschen und scharf getrocknet. Aus dem Filtrat wurden durch Zusatz von Säuren Spuren der bei 185° schmelzenden Anissäure gefällt. Das trockne Rohproduct wird aus absolutem Alkohol, Benzol oder Essigester umkrystallisirt. Als bestes Krystallisationsmittel hat sich Essigester erwiesen; mit Alkohol tritt theilweise Zersetzung ein. Auch Petroläther ist zur Krystallisation brauchbar, doch löst sich das Peroxyd darin schwer.

Der Schmelzpunkt des Peroxydes liegt bei 128°; es verpufft schwach beim Erhitzen auf dem Platinblech oder im Capillarröhrchen, jedoch zeigt es sich beständig bei Druck oder Schlag. Es ist vollkommen geruch- und geschmack-los. Mit concentrirter Schwefelsäure tritt ähnlich dem Benzoylsuperoxyd Verpuffung unter gleichzeitiger Grünfärbung ein, mit Diphenylamin reagirt es in bekannter Weise.

Eine Verbrennung ergab:

C 63.48 statt 63.16,
 H 4.29 » 4.61.

Die Verbindung besitzt folgende Formel: