

Über die Bestimmung von Hydrochinon und Brenzkatechin neben Resorzin und einigen anderen Phenolen

(I. Mitteilung)

Von

Friedrich Böck und Gunther Lock

Aus dem Institute für organische Chemie der Technischen Hochschule in Wien

(Vorgelegt in der Sitzung am 11. Juli 1929)

Aus einem Gemenge der drei Dioxybenzole ist Brenzkatechin durch Fällung mit Bleiazetat in neutraler Lösung leicht abzuscheiden bzw. analytisch zu bestimmen¹, während die Trennung des Resorzins vom Hydrochinon durch Ähnlichkeit mancher physikalischen und chemischen Eigenschaften beider sehr erschwert ist. Das Verfahren nach Behrens², für mikrochemische Trennungszwecke, beruhend auf dem Löslichkeitsunterschied beider in kaltem Benzol, eignet sich nur zu qualitativen Nachweisen.

Auch gegenüber anderen, an sich schwerer löslichen Phenolen bewirkt Gegenwart von größeren Resorzinmengen eine Erhöhung der Löslichkeit derselben in derartigen Gemischen³.

Arbeitsweisen zur quantitativen Ermittlung der Einzelstoffe dieser Gruppe sind mehrfach veröffentlicht worden. Die Methoden von Casolari⁴ und Wieland⁵ zur analytischen Bestimmung des Hydrochinons beruhen auf seiner Oxydation durch Jod zu Benzochinon bei Gegenwart von Kalium- bzw. Natriumbikarbonat zur Bindung der Jodwasserstoffsäure. Gardner und Hodgson⁶ ermitteln den Hydrochinongehalt mit Jod und Kalilauge, indem sie das unverbrauchte Jod in saurer Lösung mit Natriumthiosulfat zurücktitrieren; Pence⁷ endlich oxydiert Hydrochinon mit Kaliumpermanganat und bestimmt das überschüssige Oxydationsmittel jodometrisch.

Resorzin läßt sich durch Überführen in Tribrom- bzw. Trijod-resorzin und Ermittlung des unverbrauchten Halogens quantitativ ermitteln. Degener⁸ verwendet hiezu Bromwasser, Gardner und Hodgson⁶ Jod und Kalilauge,

¹ Degener, J. prakt. Chem. (2) 20, S. 320.

² Z. anal. Chem. 42, 1903, S. 152.

³ Dtsch. Reichs-Pat. 199.690; Chem. Centr. 2, 1908, S. 353.

⁴ Gazz. chim. 39, (I), S. 589; Chem. Centr. 2, 1909, S. 863.

⁵ Ber. D. ch. G. 43, 1910, S. 715.

⁶ Journ. Chem. Soc. London 95, S. 1825; Chem. Centr. 1, 1909, S. 1910.

⁷ Ind. Eng. Chem. 5, S. 218; Chem. Centr. 1, 1913, S. 1727.

⁸ J. prakt. Chem. (2) 20, S. 322.

Richard⁹ Jod und Natriumazetat und Pence¹⁰ $n/10$ Bromlösung. Pence⁷ oxydiert Resorzin mit Kaliumpermanganat (siehe Hydrochinonbestimmung) und Votocek und Potmesil¹¹ bestimmen Resorzin durch Wägen seines Kondensationsproduktes mit Furfurol.

Außer der letztgenannten sind diese Bestimmungsmethoden lediglich auf Lösungen von Hydrochinon oder von Resorzin allein, nicht aber auf Gemische beider oder mit anderen Phenolen anwendbar. Nur mit der Furfurolmethode kann Resorzin auch bei Gegenwart von Hydrochinon bestimmt werden, doch ist das Resorzin aus dem Kondensationsprodukt, dessen Zusammensetzung gar nicht genau bekannt ist, nicht mehr regenerierbar, so daß eine eindeutige Identifizierung wohl nicht gesichert ist, zumal auch andere Phenole, wie Brenzkatechin, Phlorogluzin, ähnliche Niederschläge geben. Das Filtrat vom Kondensationsprodukt ist zur Identifizierung des Hydrochinons wegen des nötigen, dreifachen Furfurolüberschusses noch weniger geeignet. Nach keiner der genannten Methoden ist somit Hydrochinon direkt neben Resorzin bestimmbar.

Im Zusammenhang mit Studien über Alkalischemelzen von Phenolen arbeiteten wir die nachstehend beschriebene Methode zur Bestimmung von Hydrochinon neben Resorzin und anderen Phenolen aus, welche hinreichend befriedigende Resultate liefert und in manchen Fällen auch für die präparative Trennung geeignet ist.

Sie beruht im Wesen auf der Oxydation des Hydrochinons zu Benzochinon, Trennung des letzteren von anderen Phenolen (z. B. Resorzin, Pyrogallol usw.) und deren etwaigen Oxydationsprodukten und jodometrisch meßbare Reduktion des Benzochinons zu Hydrochinon.

Versuche, das gebildete Benzochinon durch Wasserdampfdestillation z. B. vom Resorzin abzutrennen, gaben wegen seiner teilweisen Zersetzung durch heißes Wasser viel zu niedrige Resultate (30—33%). Wieland⁶ erhielt beim direkten Übertreiben einer ätherischen Chinonlösung 75—80% des Chinons.

Dagegen gelingt diese Abtrennung bei gewöhnlicher Temperatur durch Ausschütteln mit Medien, in welchen Chinon leicht, die meisten Begleitphenole und deren Oxydationsprodukte aber fast unlöslich sind. Hierzu eignet sich Benzol, und namentlich Chloroform, dessen höhere Dichte das wiederholte Ausschütteln ohne Umgießen in einen zweiten Scheidetrichter ermöglicht. Als Oxydationsmittel, im Überschuß angewendet, diente uns Eisen(3)chlorid in ca. 10%iger Lösung. Es oxydiert Hydrochinon schon bei Zimmertemperatur rasch und quantitativ über Chinhydrin zu Benzochinon, wie nachstehende Versuche beweisen. Die vereinigten Chloroform- oder Benzolauszüge, welche

⁹ Journ. Pharm. Chim. (6) 15, S. 217; Chem. Centr. 1, 1902, S. 863.

¹⁰ Ind. Eng. Chem. 3, S. 838; Chem. Centr. 1, 1912, S. 1149.

¹¹ Ber. D. ch. G. 49, 1916, S. 1135.

das Chinon aufnehmen, werden sodann mit Jodkaliumlösung und verdünnter Schwefelsäure (beide ca. 10%ig) in mindestens dreifachem Überschuß durchgeschüttelt und das freigewordene Jod mit $n/10$ Thiosulfat unter Schütteln bis zur Entfärbung der Chloroformschichte, zuletzt eventuell auch unter Zusatz von Stärke, titriert. Das Chinon wird hierbei wieder zu Hydrochinon reduziert, das sich nun in der wässerigen Schichte vorfindet und dieser durch Äther entzogen werden kann, so daß es nach dessen Abdestillieren in natura vorliegt und weiter identifiziert werden kann.

Die jodometrischen Bestimmungen des Benzochinons sind schon von Valeur¹² und später von Willstätter und seinen Mitarbeitern, jedoch mit anderen Lösungsmitteln angewendet worden. Nach Valeur wird Chinon in alkoholischer Lösung mit konzentrierter Salzsäure und Jodkalium versetzt und das ausgeschiedene Jod unter Kühlung sofort auf farblos titriert.

Wie Valeur selbst und später Willstätter und Majima¹³ beobachteten, leidet die Methode an dem Nachteil, daß sehr rasch gearbeitet werden muß, da sonst das Benzochinon auch mit der konzentrierten Salzsäure reagiert und Alkohol aus der sauren Jodkaliumlösung nach kurzer Zeit Jod freimacht und daß Stärke nicht anwendbar ist.

Willstätter und seine Mitarbeiter^{13, 14} arbeiten in ätherischer Lösung und können nur sorgfältig gereinigten Äther anwenden. Selbst dieser entbindet aus Jodwasserstoffsäure beim Schütteln mit Luft etwas Jod.

Diese Nachteile wurden nach unserer Arbeitsweise bei Verwendung von Chloroform oder Benzol nicht beobachtet. Stärke kann angewendet werden, ist jedoch zur Erkennung des Endpunktes der Titration nur bei sehr kleinen Einwaagen, bzw. bei sehr starker Verdünnung notwendig. Die nachstehenden Bestimmungen von Benzochinon und Hydrochinon zeigen, daß die Resultate nach unserer Methode hinreichend genau sind.

1. Die Bestimmung von Benzochinon.

Zirka 0.1 g im Vakuum umsublimiertes Chinon (Merck)¹⁵ wurden in 50 cm³ Chloroform gelöst, mit 15 cm³ 10%iger Jodkaliumlösung und 10 cm³ 10%iger Schwefelsäure ca. 3 Minuten im Scheidetrichter geschüttelt und sonach das ausgeschiedene Jod mit $n/10$ Thiosulfatlösung bis zur Entfärbung titriert.

Einwaagen: 0.1030 g; 0.1107 g; 0.1122 g Benzochinon
verbrauchten: 19.1 cm³; 20.4 cm³; 20.8 cm³ genau $n/10$ Thiosulfat
entsprechend: 100.1%; 99.5%; 100.1% des angewandten Chinons.

¹² Compt. rend. 129, S. 552; Chem. Centr. 2, 1899, S. 906.

¹³ Willstätter und Majima, Ber. D. ch. G. 43, 1910, S. 1171.

¹⁴ Willstätter und Dorogi, Ber. D. ch. G. 42, 1909, S. 2165.

¹⁵ Das Original Mercksche Benzochinon enthielt kleine Mengen in Chloroform unlösliche Anteile und gab um ca. 1 1/2% zu niedrige Werte. Es wurde daher durch Umsublimieren im Vakuum weiter gereinigt.

2. Die Bestimmung von Hydrochinon.

a) Mit Chloroform:

0.1011 g Hydrochinon (Kahlbaum) wurden in 50 cm³ Wasser gelöst, mit 10 cm³ 10%iger Eisen(3)chloridlösung bei Raumtemperatur oxydiert und dreimal mit je 30 cm³ Chloroform ausgeschüttelt. Die einzelnen Chloroformextrakte wurden, jeder für sich, mit 15 cm³ 10%iger Jodkaliumlösung und 10 cm³ 10%iger Schwefelsäure geschüttelt und mit Thiosulfat titriert.

	<i>n</i> /10 Thiosulfat cm ³	entspricht Hydrochinon g	Gefunden: Hydrochinon in Prozenten der Einwaage
1. Extrakt:	16.8	0.0924	91.4
2. Extrakt:	1.4	0.0077	7.6
3. Extrakt:	0.1	0.0006	0.6
Summe	18.3	0.1007	99.6

Wiederholung mit gleicher Einwaage:

	<i>n</i> /10 Thiosulfat cm ³	entspricht Hydrochinon g	Gefunden: Hydrochinon in Prozenten der Einwaage
1. Extrakt:	16.9	0.0930	91.9
2. Extrakt:	1.2	0.0066	6.5
3. Extrakt:	0.1	0.0006	0.6
Summe	18.2	0.1002	99.0

b) Mit Benzol:

0.2650 g Hydrochinon in 50 cm³ Wasser gelöst, wie oben unter a) oxydiert und viermal mit je 30 cm³ Kristallbenzol ausgeschüttelt:

	<i>n</i> /10 Thiosulfat. cm ³	entspricht Hydrochinon g	Gefunden: Hydrochinon in Prozenten der Einwaage
1. Extrakt:	36.0	0.1980	74.7
2. Extrakt:	10.3	0.0567	21.4
3. Extrakt:	1.6	0.0088	3.3
4. Extrakt:	0.4	0.0022	0.8
Summe	48.3	0.2657	100.2

Wiederholung, die vier Extrakte vereinigt und gemeinsam titriert:

	<i>n</i> /10 Thiosulfat cm ³	entspricht Hydrochinon g	Gefunden: Hydrochinon in Prozenten der Einwaage
	47.85	0.2632	99.3

Die Chloroform- bzw. Benzolauszüge mit den entsprechenden Chinonmengen werden zweckmäßig vor der Weiterbehandlung nicht erst mit Wasser gewaschen, da bei exakter Schichtentrennung im Scheidetrichter selbst bei großem Eisenchloridüberschuß, sich nur eine innerhalb der Fehlergrenzen liegende Eisenchloridmenge in ihnen gelöst, bzw. suspendiert befindet.

Die jodometrische Reduktion der Chinonlösungen erfolgt bei normalem Arbeitsgang natürlich mit den vereinigten Auszügen. Ihre, wie vorstehend ausgewiesen, getrennte Titration soll nur zeigen, daß unter Anwendung der genannten Konzentrations- und Volumsverhältnisse bei Chloroform dreimaliges, bei Benzol viermaliges Ausschütteln vollkommen genügt. Der angegebene Überschuß an Jodkalium, ca. 3–5fach, ist im Interesse einer raschen Umsetzung und zur Vermeidung des Nachbläuens angezeigt, denn die Reaktion zwischen Chinon und Jodwasserstoff führt zu einem Gleichgewicht, dessen Einstellung meßbar langsam erfolgt¹⁶. Sie kann daher durch eine Vergrößerung der Jodwasserstoffkonzentration beschleunigt werden¹⁷. Es ist ferner nötig, bei der Reduktion des Chinons mit Jodwasserstoff mindestens zwei Minuten zu schütteln.

Daß im übrigen die Konzentration der Hydrochinonlösung in weiten Grenzen, ohne wesentlichen Einfluß auf das Resultat verändert werden kann, zeigt nachstehende Tabelle:

Lösung	Hydrochinon <i>g</i>	<i>n</i> /10 Thio- sulfat <i>cm</i> ³	Gefunden <i>g</i>	Differenzen <i>g</i>	Gefunden in Prozenten des angewandten Hydrochinons
1·0% ig	0·2493	44·8	0·2464	– 0·0029	98·8
0·5 „	0·2656	47·7	0·2624	– 0·0032	98·8
0·1 „	0·1001	18·0	0·0990	– 0·0011	98·9
0·05 „	0·0500	9·0	0·0495	– 0·0005	98·9
0·01 „	0·0100	1·9	0·0104	+ 0·0004	104·0

Auf Grund dieser Versuche geben wir nachstehende Vorschrift für die

Ausführung der Hydrochinon-Bestimmung:

Die wässrige Hydrochinonlösung (50 *cm*³, ca. 0·2% ig) wird mit überschüssiger Eisen(3)chloridlösung (15 *cm*³, 10% ig) versetzt und dreimal mit je 30 *cm*³ Chloroform im Scheidetrichter geschüttelt. Die vereinigten Chloroformauszüge werden, am besten in einem zweiten Scheidetrichter, mit überschüssiger 10% iger Jodkaliumlösung (15 *cm*³) und 10% iger Schwefelsäure (10 *cm*³) mindestens 2 Minuten geschüttelt. Das ausgeschiedene Jod wird mit *n*/10 Thiosulfatlösung bis zum Verschwinden der Rosafärbung oder gegen Ende unter Zusatz von Stärke titriert:

0·0996 *g* Hydrochinon: 18·0 *cm*³ *n*/10 Thiosulfat.

Gef.: 0·0990 *g* Hydrochinon, das sind 99·4% der Einwaage.

3. Die Bestimmung von Hydrochinon bei Gegenwart anderer Phenole

kann nach unserer Methode offenbar gestört werden, sofern letztere mit Eisen(3)chlorid in Chloroform lösliche und durch

¹⁶ Haber und Russ, Z. anal. Chem. 47, 1904, S. 335.

¹⁷ Luther und Leubner, J. prakt. Chem. (2) 86, 1912, S. 319.

Jodwasserstoff wieder reduzierbare Oxydationsprodukte bilden, oder, falls die Begleitsubstanzen selbst in Chloroform löslich sind und in saurer Lösung Jod aufzunehmen vermögen.

Ersteres ist bei Brenzkatechin der Fall, welches mit Eisen(3)chlorid auch in wässriger Lösung ortho-Benzochinon liefert, u. zw. quantitativ, wie später angegebene Versuche zeigen; es muß daher vor der Oxydation durch neutrales Bleiazetat ausgefällt werden.

Phenol selbst gibt mit Eisen(3)chlorid kein Oxydationsprodukt, wohl aber ist es selbst in Chloroform löslich und geht daher mit dem Chinon in die Chloroformschichte über. Es bleibt aber ohne Einfluß auf die Bestimmung, da es ja Jod in saurem Medium nicht bindet.

Resorzin, Orzin und Phlorogluzin stören die Bestimmung nicht, die auftretenden Eisenchlorid-Färbungen gehen in das Chloroform nicht über.

Auch Pyrogallol und Oxyhydrochinon würden nicht hinderlich sein, da keines von beiden mit Eisen(3)chlorid ein chloroformlösliches Chinon gibt, es entstehen aber Niederschläge, welche das Chloroform an der Grenzschichte emulgiert halten und so auf mechanischem Wege stören, da sie die Schichtenbildung erschweren. Durch Filtration und Erhöhe der Zahl der Ausschüttlungen oder noch besser mit einer Zentrifuge bekommt man glatte Schichtentrennung und befriedigende Resultate. Schließlich könnte man vorher auch beide als Bleisalze quantitativ abtrennen.

Nachstehend einige Hydrochinon-Bestimmungen in solchen Gemischen, gelöst in 50 cm^3 Wasser (nur der Versuch mit Oxyhydrochinon wurde in 100 cm^3 Wasser durchgeführt):

Einwaagen (in g) an:			$\frac{n}{10}$ Thio- sulfat (cm^3)	gef. Hydrochinon	
Hydrochinon	Begleitphenol			in g	in %
0·1147	0·2	Phenol	20·6	0·1133	98·8
0·1005	0·05	Phenol	18·1	0·0996	99·1
0·1035	0·3106	Resorzin	18·6	0·1023	98·8
0·1147	0·1688	Resorzin	20·7	0·1139	99·3
0·1147	0·08	Orzin	20·8	0·1144	99·7
0·1005	0·1	Orzin	18·2	0·1001	99·6
0·1147	0·0824	Phlorogluzin	20·8	0·1144	99·7
0·1264	0·05	Phlorogluzin	22·7	0·1249	98·8
0·0996	0·05	Phlorogluzin	17·8	0·0979	98·3
0·1264	0·05	Pyrogallol	22·8	0·1254	99·2
0·1443	0·047	Oxyhydrochinon	26·1	0·1435	99·5

4. Qualitativer Hydrochinon-Nachweis:

Der befriedigende Verlauf unserer Trennungsmethode gestattet auch ihre Anwendung zur qualitativen Prüfung auf Hydrochinon.

Die Substanz wird in Wasser gelöst, mit einigen Tropfen Eisen(3)chlorid und einigen cm^3 Chloroform geschüttelt. Der Hauptteil der Chloroformschichte wird abgetrennt (selbstver-

ständig frei von Eisenchlorid) und mit einigen Tropfen Jodkaliumlösung und verdünnter Schwefelsäure geschüttelt. Eine Rosafärbung läßt auf Hydrochinon schließen. Die Erkennung kleinster Mengen wird durch Zusatz von Stärkelösung noch deutlicher. Auf diese Art lassen sich noch 0·00001 g Hydrochinon (in 4 cm³ Wasser) sicher erkennen.

Da, wie im folgenden erwähnt, Brenzkatechin sich ganz analog verhält und daher stört, muß dieses aus einem Gemisch durch Fällung mit Bleiazetat entfernt werden. Wir bemerken jedoch, daß dieses Bleisalz nicht vollkommen unlöslich ist; man erhält daher im Filtrate vom Brenzkatechinblei immer positive Reaktion, etwa von jener Intensität, die einer Menge von 0·0001 g in 10 cm³ Wasser entspricht. Diese Menge Brenzkatechin bzw. Hydrochinon stellt ungefähr die Grenze dar, bis zu welcher die Jodreaktion in Chloroform allein, durch Rosafärbung, also ohne Stärkezusatz deutlich sichtbar ist. Falls daher die Gegenwart von Brenzkatechin in der Probe nicht von vornherein ausgeschlossen werden kann, darf man im Filtrat der Bleifällung, nach dessen Entbleiung durch verdünnte Schwefelsäure, die Reaktion auf Hydrochinon nur dann als positiv bezeichnen, wenn der Chloroformauszug der mit Eisenchlorid versetzten Lösung nach Reduktion mit Jodwasserstoff auch ohne Stärkezusatz deutliche Jodfärbung zeigt.

Wir überzeugten uns, daß diese Reaktion auf Hydrochinon durch die Gegenwart von Phenol, Resorzin, Pyrogallol, Phlorogluzin, Oxyhydrochinon und Orzin nicht gestört wird.

5. Bestimmung und Nachweis von Brenzkatechin.

Da Brenzkatechin sich ganz analog dem Hydrochinon verhält, versuchten wir unsere Methode auch zu dessen Bestimmung, in Abwesenheit des letzteren, zu verwenden. Im Gegensatz zur Hydrochinonbestimmung, bei welcher die Konzentration in weiten Grenzen variiert werden kann, ist bei der Brenzkatechinbestimmung sehr starke Verdünnung (weniger als 0·05%) nötig, sonst machen ausfallende Niederschläge durch Emulsionsbildung die Abtrennung der Chloroformschichte unmöglich. Die erhaltene ortho-Benzochinon-Lösung in Chloroform ist grünlich gefärbt und zeigt rote Fluoreszenz.

0·0514 g Brenzkatechin (M e r c k) wurden in 100 cm³ Wasser gelöst, mit 5 cm³ 10%iger Eisen(3)chlorid-Lösung oxydiert. Die einzelnen Extrakte mit je 60 cm³ Chloroform ergaben:

	n/10 Thiosulfat cm ³	Brenzkatechin g	Gefunden in Prozenten der Einwaage
1. Extrakt:	6·95	0·0382	74·4
2. Extrakt:	1·85	0·0102	19·8
3. Extrakt:	0·4	0·0022	4·3
4. Extrakt:	0·1	0·0006	1·1
Summe	9·3	0·0512	99·6

Wiederholung, die vier Auszüge vereinigt und gemeinsam titriert:

$n/10$ Thiosulfat <i>cm</i> ³	Brenzkatechin <i>g</i>	Gefunden in Prozenten der Einwaage
9·2	0·0506	98·4

Diese Methode führt bedeutend schneller zum Ziele als die Bestimmung als Bleisalz¹ und hat vor der jodometrischen Bestimmung nach Gardener und Hodgson⁶ den Vorteil, auch bei Gegenwart anderer Phenole, z. B. Resorzin, Pyrogallol, ausführbar zu sein.

In einem Gemisch, welches auch Hydrochinon enthalten kann, wird Brenzkatechin zuerst mit Bleiazetat gefällt, der ausgewaschene Niederschlag mit verdünnter Schwefelsäure zersetzt und im Filtrate die Probe angestellt.

6. Präparative Trennung von Hydrochinon und Resorzin.

Naheliegend war natürlich der Gedanke, unsere Methode auch zur Isolierung beider Komponenten eines solchen Gemisches im Ausmaße mehrerer Gramme sinngemäß anzuwenden. Es zeigte sich jedoch, daß die zur Vermeidung unbequem großer Flüssigkeitsmengen wünschenswerte Erhöhung der Konzentration begrenzt ist, da andernfalls das Ausfallen von Chinhydron sowie eines vom Resorzin stammenden schwarzen, amorphen, voluminösen Niederschlages das Ausschütteln der Substanzen durch Emulsionsbildung hindert und auch die Ausbeuten stark zurückgehen. Der allgemeine Arbeitsweg war folgender: Die Lösung des Phenolgemisches wird auf etwa 2% verdünnt und mit der ca. 30%igen Ferrisalzlösung in mindestens 20%igem Überschuß (auf das vorhandene Hydrochinon berechnet) oxydiert, das gebildete Chinon dreimal mit dem gleichen Volum Chloroform ausgeschüttelt und diese Chloroformlösung am besten mit einer konzentrierten Natriumhydrosulfitlösung ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) reduziert. Das entstandene Hydrochinon befindet sich nunmehr in der wässrigen Schichte und wird dieser nach Abtrennung des Chloroforms und Sättigung mit Kochsalz durch dreimaliges Ausschütteln mit gleichem Volum Äther entzogen. Nach dem Abdestillieren des Äthers hinterbleibt das Hydrochinon in der Regel bereits fast schmelzpunktrein und kann von einem geringen Kochsalzgehalt durch Umlösen mit trockenem Äther leicht befreit werden.

Die mit Chloroform ausgeschüttelte Eisenlösung wird ebenfalls mit Kochsalz (oder bei Verwendung von Ferrisulfat als Oxydationsmittel mit Natriumsulfat) gesättigt und das in ihr befindliche Resorzin durch drei- bis viermaliges Ausschütteln mit je dem halben Volum Äther extrahiert. Der Ätherrückstand ist jedoch meist tief rot oder braun gefärbt, was nur zum Teil auf mit in den Äther übergegangene Eisenverbindungen zurückzuführen ist. Durch Extrahieren dieses Rückstandes mit kochen-

dem Benzol oder namentlich bei größeren Substanzmengen durch Vakuumsublimation oder Destillation läßt sich reines Resorzin daraus gewinnen.

Die Ausbeuten an den isolierten Komponenten schwanken je nach dem gegenseitigen Verhältnis derselben in der ursprünglichen Mischung zwischen ca. 70—90%. Insbesondere ist wenig Resorzin neben viel Hydrochinon nur schwer in reinem Zustand abzutrennen. Die Ursache scheint in einer Einwirkung des Chinons auf Resorzin zu liegen, die in höheren Konzentrationen, als bei der analytischen Hydrochinonbestimmung angegeben, stattfindet. Hierauf weist vor allem die tief rotbraune Färbung der ganzen Flüssigkeit und des ätherischen Resorzinextraktes hin. Wir behalten uns vor, an der Verbesserung dieser präparativen Trennung weiter zu arbeiten.
