Mitteilung aus dem pharmazeutischen Institut
der Universität Strassburg i. E.

Ueber die adsorbierenden Eigenschaften verschiedener Kohlensorten.

Von L. Rosenthaler und F. Türk.¹⁾

(Eingegangen den 26. IX. 1906)

Zur Entfärbung und Reinigung von Chemikalien bedient man sich mit Vorliebe der Kohle, trotz der manchmal nicht unbeträchtlichen Verluste, die mit dieser Operation verknüpft sind und die man gewöhnlich auf Rechnung der Verunreinigungen schreibt. Es ist indes bekannt, daß Kohle auch andere Stoffe als Farbstoffe zu adsorbieren vermag. Ueber die Größe der Adsorption fehlen exakte Angaben, ganz besonders für solche Stoffe, die für die Pflanzenchemie in Betracht kommen. Wir haben deshalb mit der vorliegenden Studie versucht, diese Lücke auszufüllen. Um Resultate zu erhalten, die für die Praxis von Beachtung sind, haben wir die adsorbierenden Eigenschaften mehrerer Kohlensorten unter den zur Entfärbung gewöhnlich eingehaltenen Bedingungen geprüft und die Versuche durch Anwendung verschiedener Lösungsmittel weiter variiert.

Die Kohlensorten.

Folgende Kohlensorten gelangen zur Verwendung:

1. Tierkoble (Knochenkoble), 2. Fleischkoble, 3. Pflanzenblutkoble, 4. Blutkoble, 5. Lindenkoble, 6. Schwammkoble.

Sämtliche Präparate waren, mit Ausnahme von Blutkoble, feine Pulver und gaben an die zur Anwendung kommenden Lösungsmittel mehr oder minder viel ab. Als zu unrein, um direkt zu den Versuchen dienen zu können, erwiesen sich Pflanzenblutkoble, Blutkoble und Schwammkoble. Zur Reinigung wurden sie in bedeckten Tiegeln geglüht, dann mit Salzsäure und zuletzt mit Wasser ausgewaschen. Von allen Kohlen wurde der Aschengehalt bestimmt und die Asche qualitativ untersucht, da die Aschenbestandteile vielleicht für die

---

¹⁾ Vergl. F. Türk: Ueber die adsorbierenden Eigenschaften verschiedener Kohlensorten, Inauguraldissertation; dort auch Literaturangaben.

Erklärung einiger Erscheinungen herangezogen werden mußten. Es enthielten:

1. Tierkohle 7,7% Asche, bestehend aus SiO_2 , Fe, Spuren von Ca und Mg.
2. Fleischkohle 9,35% Asche, bestehend aus SiO_2 , Fe und Spuren von Ca.
3. Pflanzenblutkohle 19,5% Asche, bestehend aus SiO_2 und Fe.
4. Blutkohle 7,1% Asche mit Fe.
5. Lindenkohle 3,00% Asche, bestehend aus SiO_2 , Fe, Ca und Spuren von Mg.
6. Schwammkohle 25,4% Asche mit SiO_2 , Fe und Ca.

Für Pflanzenblut-, Blut- und Schwammkohle beziehen sich vorstehende Angaben auf die gereinigten und wieder getrockneten Präparate.

Da die Adsorptionsversuche meist auf gewichtsanalytische Weise vorgenommen wurden, so war es nötig zu bestimmen, wieviel jede Kohle unter den eingehaltenen Versuchsbedingungen an die Lösungsmittel abgab. Zu diesem Zwecke wurden 2,5 g Kohle mit 50 g Lösungsmittel eine Stunde am Rückflußkühler auf dem Dampfbade erhitzt, dann abfiltriert und mit 100 ccm desselben Lösungsmittels ausgewaschen; Filtrat und Waschflüssigkeit wurden zusammen im gewogenen Kölbchen oder Porzellanschälchen verdunstet, und der Rückstand (= 1. Auskochung in der Tabelle) bis zum konstanten Gewicht im Dampfschrank bei 70° getrocknet. Die auf dem Filter verbliebene Kohle wurde dann nochmals mit 100 g desselben Lösungsmittels erhitzt und der in Lösung gegangene Anteil (= 2. Auskochung) in der gleichen Weise bestimmt. Nur bei Wasser unterblieb die zweite Auskochung, weil sie für die späteren Versuche unnötig war.¹⁾ Ueber die gefundenen Werte (in Gramm), die nachher stets in Abzug gebracht wurden, gibt die folgende Tabelle Aufschluß:

	Tierkohle	Fleischkohle	Pflanzenblutkohle	Blutkohle	Lindenkohle	Schwammkohle
Wasser	0,0095	0,0140	0,0175	0,0090	0,0170	0,0010
Weingeist { 1. Auskochung	0,0065	0,0070	0,0070	0,0050	0,0080	0,0055
{ 2. " "	0,0030	0,0045	0,0040	0,0045	0,0030	0,0040
Aceton { 1. Auskochung	0,0075	0,0045	0,0040	0,0035	0,0065	0,0030
{ 2. " "	0,0020	0,0030	0,0030	0,0025	0,0025	0,0030
Essigäther { 1. Auskochung	0,0035	0,0065	0,0060	0,0045	0,0065	0,0025
{ 2. " "	0,0020	0,0035	0,0045	0,0035	0,0040	0,0010
Chloroform { 1. Auskochung	0,0025	0,0010	0,0040	0,0020	0,0035	0,0015
{ 2. " "	0,0025	0,0020	0,0020	0,0030	0,0015	0,0010

¹⁾ Es hatte sich bereits bei den ersten Adsorptionsversuchen gezeigt, daß die zweite wässerige Auskochung nur minimale Mengen der aus wässriger Lösung adsorbierten Substanzen in Lösung bringen konnte; sie wurde deshalb unterlassen.

Allgemeines über die Versuche.

Die Versuche wurden u. a. mit folgenden, soweit nötig, bei 100° bis zur Gewichtskonstanz getrockneten Körpern, als Typen der wichtigsten Pflanzenstoffe vorgenommen: Codein und Coffein, Salicin, Pikrotoxin, Gallusgerbsäure, Gallussäure und Oxalsäure, oxalsaures Kalium, Indigo, Dextrose. Sie wurden, wenn möglich, in 1%iger Lösung angewendet. Die mit ihnen in Berührung gebrachte Kohlenmenge betrug immer fünfmal so viel als die in der Lösung vorhandene Substanzmenge. Die Versuche wurden für die sechs ersten Körper mit 50 g Lösung in der Weise ausgeführt, die oben für die Bestimmung der aus den Kohlen herauslösbaren Anteile beschrieben wurde, mit Ausnahme der wässerigen Kodein- und Koffeinlösungen, aus denen die Basen mit Chloroform ausgeschüttelt wurden. Oxalsäure, oxalsaures Kalium und Indigo wurden mit Permanganat, Dextrose mit Fehling'scher Lösung in der üblichen Weise bestimmt, nachdem die eventuell angewandten nichtwässerigen Lösungsmittel abdestilliert und die Rückstände mit Wasser aufgenommen waren. Die ermittelten Resultate sind in folgenden Tabellen enthalten:

I. Kodein.

a) In Wasser:

Kohlensorte	Angew. Menge	Im Filtrat	Adsorbierte Menge		Durch zweite Aus- kochung gelöst	
			absolut	in Proz.	absolut	in Proz. ¹⁾
Tierkohle	0,5040	0,0050	0,5035	99,9	—	—
Fleischkohle	0,5105	0,0035	0,5070	99,3	—	—
Pflanzenblutkohle	0,5190	0,1710	0,3480	67,0	—	—
Blutkohle	0,5210	0,5010	0,0200	3,8	—	—
Lindenkohle	0,5170	0,5155	0,0015	0,3	—	—
Schwammkohle	0,4940	0,4630	0,0310	6,3	—	—

b) In Weingeist:

Tierkohle	0,4900	0,1715	0,3'85	65,0	0,0550	17,3
Fleischkohle	0,5000	0,2465	0,2535	50,7	0,0565	22,3
Pflanzenblutkohle	0,4770	0,4115	0,0655	13,7	0,0200	30,5
Blutkohle	0,5235	0,5120	0,0115	2,2	0,0080	87,6
Lindenkohle	0,5165	0,5165	—	—	—	—
Schwammkohle	0,5255	0,5105	0,0150	2,8	0,0150	100

¹⁾ Die in dieser Rubrik aufgeführten Zahlen beziehen sich auf die adsorbierte Menge.

c) In Essigäther:

Kohlensorte	Angew. Menge	Im Filtrat	Adsorbierte Menge		Durch zweite Aus- kochung gelöst	
			absolut	in Proz.	absolut	in Proz.
Tierkohle	0,4970	0,2335	0,2635	53,0	0,0365	13,8
Fleischkohle	0,5030	0,2940	0,2090	41,6	0,0265	12,7
Pflanzenblutkohle	0,5025	0,4300	0,0725	14,4	0,0155	21,4
Blutkohle	0,5000	0,4990	0,0010	0,2	—	—
Lindenkohle	0,4980	0,4980	—	—	—	—
Schwammkohle	0,5130	0,5130	—	—	—	—

d) In Aceton:

Tierkohle	0,4940	0,2395	0,2545	51,5	0,0380	14,9
Fleischkohle	0,4965	0,3205	0,1760	35,4	0,0435	24,7
Pflanzenblutkohle	0,4940	0,4330	0,0610	12,3	0,0185	30,3
Blutkohle	0,4845	0,4845	—	—	—	—
Lindenkohle	0,5100	0,5100	—	—	—	—
Schwammkohle	0,5010	0,5010	—	—	—	—

e) In Chloroform:

Tierkohle	0,4980	0,4320	0,0660	13,3	0,0220	33,3
Fleischkohle	0,5000	0,4230	0,0770	15,4	0,0070	9,1
Pflanzenblutkohle	0,4890	0,4830	0,0060	1,2	0,0020	33,3
Blutkohle	0,4785	0,4785	—	—	—	—
Lindenkohle	0,5025	0,5025	—	—	—	—
Schwammkohle	0,4990	0,4990	—	—	—	—

II. Koffein¹⁾.

a) In Wasser.

Tierkohle	0,5025	—	0,5025	100	—	—
Fleischkohle	0,4970	0,0190	0,4780	96,2	—	—
Pflanzenblutkohle	0,4950	0,2115	0,2835	57,3	—	—
Blutkohle	0,4975	0,4720	0,0255	5,1	—	—
Lindenkohle	0,5140	0,4955	0,0185	3,6	—	—
Schwammkohle	0,5055	0,4610	0,0445	8,8	—	—

b) In Weingeist.

Tierkohle	0,5290	0,1100	0,4190	79,2	0,1180	28,2
Fleischkohle	0,5075	0,2580	0,2495	49,2	0,0585	23,4
Pflanzenblutkohle	0,4960	0,3935	0,1025	20,7	0,0355	34,6
Blutkohle	0,5095	0,5080	0,0015	0,3	0,0015	100
Lindenkohle	0,4985	0,4870	0,0115	2,3	0,0050	43,5
Schwammkohle	0,5115	0,4955	0,0160	3,1	0,016	100

¹⁾ Die Koffeinrückstände wurden im Dampftrockenschrank (bei 60—70°) bis zum konstanten Gewicht getrocknet. Dabei war eine Gewichtsabnahme durch Verflüchtigung des Koffeins entgegen anderen Angaben in keinem Falle festzustellen.

c) In Essigäther.

Kohlensorte	Angew. Menge	Im Filtrat	Adsorbierte Menge		Durch zweite Aus- kochen gelöst	
			absolut	in Proz.	absolut	in Proz.
Tierkohle	0,5220	0,1730	0,3490	66,9	0,1350	38,7
Fleischkohle	0,5155	0,3655	0,1500	29,1	0,0550	36,7
Pflanzenblutkohle	0,5060	0,4510	0,0550	10,9	0,0330	60,0
Blutkohle	0,5070	0,5070	—	—	—	—
Lindenkohle	0,4915	0,4670	0,0245	5,0	0,0035	14,3
Schwammkohle	0,5010	0,4860	0,0150	3,0	0,015	100

d) In Chloroform.

Tierkohle	0,5190	0,4655	0,0535	10,3	0,0090	16,8
Fleischkohle	0,4995	0,4800	0,0195	3,9	0,0060	30,8
Pflanzenblutkohle	0,5005	0,4815	0,0190	3,8	0,0080	44,4
Blutkohle	0,4900	0,4900	—	—	—	—
Lindenkohle	0,5015	0,4680	0,0335	6,7	0,0045	13,4
Schwammkohle	0,5045	0,4970	0,0075	1,5	0,0075	100

III. Salicin.

a) In Wasser.

Tierkohle	0,4965	0,0075	0,4890	98,5	—	—
Fleischkohle	0,5310	0,0400	0,4910	92,5	—	—
Pflanzenblutkohle	0,5170	0,3465	0,1705	33,0	—	—
Blutkohle	0,4905	0,4830	0,0075	1,5	—	—
Lindenkohle	0,5500	0,5500	—	—	—	—
Schwammkohle	0,5185	0,5185	—	—	—	—

b) In Weingeist.

Tierkohle	0,4945	0,3750	0,1195	24,2	0,0510	42,7
Fleischkohle	0,5315	0,4540	0,0775	14,6	0,0395	51,0
Pflanzenblutkohle	0,5130	0,4960	0,0170	3,3	0,0110	64,7
Blutkohle	0,5010	0,4960	0,0050	1,0	0,0050	100
Lindenkohle	0,5250	0,5250	—	—	—	—
Schwammkohle	0,5080	0,5080	—	—	—	—

IV. Pikrotoxin.

a) In Wasser.

Tierkohle	0,2635	0,0020	0,2615	99,2	—	—
Fleischkohle	0,2555	0,0065	0,2490	97,5	—	—
Pflanzenblutkohle	0,2480	0,1465	0,1015	40,9	—	—
Blutkohle	0,2460	0,2365	0,0095	3,9	—	—
Lindenkohle	0,2840	0,2840	—	—	—	—
Schwammkohle	0,2855	0,2840	0,0015	0,5	—	—

b) In Weingeist.

Kohlensorte	Angew. Menge	Im Filtrat	Adsorbierte Menge		Durch zweite Aus- kochung gelöst	
			absolut	in Proz.	absolut	in Proz.
Tierkohle	0,4815	0,4680	0,0135	2,8	0,0095	70,4
Fleischkohle	0,4980	0,4865	0,0115	2,3	0,0075	65,2
Pflanzenblutkohle	0,4940	0,4940	—	—	—	—
Blutkohle	0,5030	0,5030	—	—	—	—
Lindenkohle	0,5450	0,5450	—	—	—	—
Schwammkohle	0,5130	0,5130	—	—	—	—

c) In Essigäther.

Tierkohle	0,5035	0,4975	0,0060	1,2	0,0025	41,7
Fleischkohle	0,4975	0,4910	0,0065	1,3	0,0020	30,8
Pflanzenblutkohle	0,5235	0,5205	0,0030	0,6	—	—
Blutkohle	0,4850	0,4850	—	—	—	—
Lindenkohle	0,5160	0,5160	—	—	—	—
Schwammkohle	0,4945	0,4945	—	—	—	—

d) In Aceton.

Die Versuche mit Aceton ergaben ein auffallendes Resultat. Von allen Kohlen wurde nicht das Geringste adsorbiert.

V. Gallusgerbsäure.

a) In Wasser.

Tierkohle	0,5240	0,0110	0,5130	97,8	—	—
Fleischkohle	0,4970	0,0065	0,4905	98,7	—	—
Pflanzenblutkohle	0,5065	0,0805	0,4260	84,1	—	—
Blutkohle	0,5085	0,4360	0,0725	14,3	—	—
Lindenkohle	0,5060	0,4720	0,0340	6,7	—	—
Schwammkohle	0,5515	0,4840	0,0675	12,2	—	—

b) In Weingeist.

Tierkohle	0,5610	0,1010	0,4600	82,0	0,0195	4,2
Fleischkohle	0,5205	0,0995	0,4210	80,9	0,0240	5,7
Pflanzenblutkohle	0,5110	0,3535	0,1575	30,8	0,0220	14,0
Blutkohle	0,5115	0,4920	0,0195	3,8	0,0025	12,8
Lindenkohle	0,5110	0,4930	0,0180	3,5	0,0040	22,2
Schwammkohle	0,5285	0,5215	0,0070	1,3	0,0030	42,9

c) In Essigäther.

Tierkohle	0,5030	0,0730	0,4300	85,5	0,0200	4,6
Fleischkohle	0,5120	0,0845	0,4275	83,5	0,0195	4,6
Pflanzenblutkohle	0,5150	0,3770	0,1380	26,8	0,0200	14,5
Blutkohle	0,5220	0,4835	0,0385	7,4	0,0025	6,5
Lindenkohle	0,4975	0,4705	0,0270	5,4	0,0030	11,1
Schwammkohle	0,5185	0,4970	0,0215	4,2	0,0045	21,0

d) In Aceton.

Kohlensorte	Angew. Menge	Im Filtrat	Adsorbierte Menge		Durch zweite Aus- kochen gelöst	
			absolut	in Proz.	absolut	in Proz.
Tierkohle	0,5140	0,1100	0,4040	78,6	0,0350	8,7
Fleischkohle	0,4920	0,1470	0,3450	70,1	0,0195	5,6
Pflanzenblutkohle	0,5165	0,4120	0,1045	20,2	0,0195	18,7
Blutkohle	0,5105	0,5055	0,0050	1,0	0,0025	50,0
Lindenkohle	0,5105	0,5015	0,0090	1,8	0,0040	44,4
Schwammkohle	0,5730	0,5575	0,0155	2,7	0,0025	16,1

VI. Gallussäure.

a) In Wasser.

Tierkohle	0,4985	0,0035	0,4950	99,3	—	—
Fleischkohle	0,5320	0,0620	0,4700	88,3	—	—
Pflanzenblutkohle	0,5195	0,2245	0,2950	56,8	—	—
Blutkohle	0,5135	0,4770	0,0365	7,1	—	—
Lindenkohle	0,4960	0,4950	0,0010	0,2	—	—
Schwammkohle	0,5265	0,4935	0,0330	6,3	—	—

b) In Weingeist.

Tierkohle	0,4785	0,3140	0,1645	34,4	0,0340	20,7
Fleischkohle	0,5020	0,3500	0,1520	30,3	0,0265	17,4
Pflanzenblutkohle	0,5000	0,4435	0,0565	11,3	0,0280	49,6
Blutkohle	0,5065	0,5000	0,0065	1,3	0,0040	61,5
Lindenkohle	0,5280	0,5280	—	—	—	—
Schwammkohle	0,5095	0,5000	0,0095	1,9	0,0070	73,7

c) In Essigäther.

Tierkohle	0,4810	0,2395	0,2415	50,2	0,0490	20,3
Fleischkohle	0,5175	0,3650	0,1525	29,5	0,0400	26,2
Pflanzenblutkohle	0,5230	0,4665	0,0565	10,8	0,0240	42,5
Blutkohle	0,5140	0,4995	0,0145	2,8	0,0080	55,2
Lindenkohle	0,5095	0,5080	0,0015	0,3	—	—
Schwammkohle	0,5020	0,4995	0,0025	0,5	—	—

d) In Aceton.

Tierkohle	0,5495	0,3915	0,1580	28,7	0,0365	23,1
Fleischkohle	0,5005	0,3635	0,1370	27,4	0,0320	23,4
Pflanzenblutkohle	0,5045	0,4645	0,0400	7,9	0,0185	46,2
Blutkohle	0,5220	0,5165	0,0055	1,0	0,0055	100
Lindenkohle	0,5130	0,5120	0,0010	0,2	—	—
Schwammkohle	0,4975	0,4945	0,0030	0,6	—	—

VII. Oxalsäure.

In Wasser.

Kohlensorte	Angew. Menge	Im Filtrat	Adsorbierte Menge		Durch zweite Aus- kochung gelöst	
			absolut	in Proz.	absolut	in Proz.
Tierkohle	0,5280	0,3949	0,1331	25,2	—	—
Fleischkohle	0,5155	0,3994	0,1161	22,5	—	—
Pflanzenblutkohle	0,5005	0,4299	0,0706	14,1	—	—

VIII. Kaliumoxalat.

In Wasser.

Tierkohle	0,5335	0,5053	0,0282	5,3	—	—
Fleischkohle	0,5270	0,4867	0,0403	7,6	—	—
Pflanzenblutkohle	0,5120	0,4698	0,0422	8,2	—	—

Die nun folgenden Versuche mit Indigo und Dextrose unterscheiden sich von den vorhergehenden in der Weise, daß das Auswaschen und die zweite Auskochung unterblieb. Beim Indigo wurde beispielsweise folgendermaßen verfahren: 10 ccm der mit Schwefelsäure hergestellten wässrigen Lösung (entsprechend 0,03987 Indigo) wurden mit Wasser auf 100 ccm verdünnt, die Lösung mit 0,2 g Kohle (wiederum das fünffache) versetzt und unter Vermeidung eines Wasserverlustes eine Stunde auf dem Dampfbade erwärmt. 50 ccm des Filtrats wurden dann mit Permanganat titriert. In entsprechender Weise wurde auch bei Dextrose verfahren. Die Endtitration wurde, wie erforderlich, in ca. 1%iger Lösung vorgenommen.¹⁾

IX. Indigo.

In Wasser:

Kohlensorte	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
Tierkohle	0,03987	—	0,03987	100
Fleischkohle	0,03987	0,00174	0,03813	95,6
Pflanzenblutkohle	0,03987	0,02958	0,01029	25,8
Blutkohle	0,03987	0,03886	0,00101	2,5
Lindenkohle	0,03987	0,03944	0,00043	1,1
Schwammkohle	0,03987	0,03828	0,00159	4,0

¹⁾ In beiden Fällen wurde durch Kontrollversuche das Verhalten der wässrigen Kohlenauszüge gegen Kaliumpermanganat und Fehling'sche Lösung festgestellt. Fehling'sche Lösung wurde nicht reduziert; dagegen war ein kleiner Permanganatverbrauch (1—2 Tropfen der benutzten Lösung) vorhanden, der hier, wie übrigens schon bei den Versuchen mit Oxalsäure, in Abzug gebracht ist.

X. Dextrose.**a) In Wasser:**

Kohlensorte	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
Tierkohle	0,5200	0,3060	0,2140	41,2
Fleischkohle	0,5215	0,3357	0,1858	35,6
Pflanzenblutkohle . . .	0,4980	0,3836	0,1094	22,2
Blutkohle	0,5255	0,5142	0,0113	2,2
Lindenkohle	0,5140	0,5035	0,0105	2,0
Schwammkohle	0,5135	0,5035	0,0100	2,0

b) In Methylalkohol:

Tierkohle	0,5190	0,4648	0,0542	10,4
Fleischkohle	0,5175	0,4648	0,0527	10,2
Pflanzenblutkohle . . .	0,5025	0,4648	0,0377	7,5
Blutkohle	0,5070	0,4933	0,0137	2,7
Lindenkohle	0,5190	0,5142	0,0048	0,9
Schwammkohle	0,5060	0,5035	0,0025	0,5

Weitere Versuche bezweckten einen Einblick zu gewinnen einerseits in den zeitlichen Verlauf des Adsorptionsvorganges und andererseits in das Verhältnis zwischen Konzentration und Adsorption. Die zunächst aufgeführten Versuche mit Kodein, Gallussäure, Oxalsäure und Kaliumoxalat wurden in derselben Weise vorgenommen, wie die seither beschriebenen nur mit dem Unterschied, daß die Einwirkungs-dauer der Kohle statt 1 Stunde nur 5 Minuten betrug.

Fünf Minuten-Versuche.**I. Kodein.****a) In Wasser.**

Kohlensorte	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
Tierkohle	0,4945	0,0030	0,4915	99,4
Fleischkohle	0,4973	0,0220	0,4750	95,6
Pflanzenblutkohle . . .	0,4985	0,2130	0,2855	57,3

b) In Weingeist.

Tierkohle	0,4965	0,3605	0,1360	27,4
Fleischkohle	0,4985	0,3840	0,1145	23,0
Pflanzenblutkohle . . .	0,5010	0,4560	0,0450	9,0

c) In Essigäther.

Kohlensorte	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
Tierkohle	0,5060	0,4150	0,0910	18,0
Fleischkohle	0,5020	0,3920	0,1100	21,9
Pflanzenblutkohle . . .	0,4905	0,4350	0,0550	11,2

d) In Aceton.

Tierkohle	0,5165	0,3675	0,1490	28,6
Fleischkohle	0,4870	0,3755	0,1115	22,9
Pflanzenblutkohle . . .	0,4800	0,4220	0,0580	12,1

e) In Chloroform.

Tierkohle	0,5030	0,4895	0,0135	2,7
Fleischkohle	0,5040	0,4550	0,0490	9,7
Pflanzenblutkohle . . .	0,5185	0,4970	0,0215	4,1

II. Gallussäure.

a) In Wasser.

Tierkohle	0,5050	0,0075	0,4975	98,5
Fleischkohle	0,5125	0,0595	0,4530	88,4
Pflanzenblutkohle . . .	0,5055	0,2875	0,2180	43,1

b) In Weingeist.

Tierkohle	0,5035	0,3605	0,1430	28,4
Fleischkohle	0,5145	0,3800	0,1345	26,1
Pflanzenblutkohle . . .	0,5195	0,4865	0,0330	6,3

c) In Essigäther.

Tierkohle	0,5245	0,3525	0,1720	32,8
Fleischkohle	0,4900	0,3545	0,1355	27,6
Pflanzenblutkohle . . .	0,5040	0,4860	0,0180	3,6

d) In Aceton:

Tierkohle	0,5095	0,3330	0,1765	34,6
Fleischkohle	0,5085	0,3900	0,1185	23,3
Pflanzenblutkohle . . .	0,5260	0,4980	0,0280	5,3

III. Oxalsäure.

In Wasser:

Tierkohle	0,5470	0,4380	0,1090	19,9
Fleischkohle	0,5280	0,4487	0,0793	15,0
Pflanzenblutkohle . . .	0,5410	0,4900	0,0510	9,4

IV. Kaliumoxalat.

In Wasser:

Kohlensorte	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
Tierkohle	0,5070	0,4935	0,0135	2,7
Fleischkohle	0,5330	0,5137	0,0193	3,6
Pflanzenblutkohle . . .	0,4835	0,4597	0,0238	4,9

Konzentrations-Versuche.

Zu den Konzentrationsversuchen wurde in erster Linie Koffein benutzt. Die Lösungsmittel waren teils ein Gemenge von 75 Volumteilen Weingeist und 25 Volumteilen Chloroform, teils reines Chloroform. Je 50 ccm der Lösungen wurden mit 2,5 g Tier-, Fleisch- oder Pflanzenblutkohle versetzt und 1. $\frac{1}{2}$ eventuell 1 Stunde in der Kälte, 2. $\frac{1}{2}$ Stunde auf dem Dampfbade, 3. sechs Stunden auf dem Dampfbade unter oft wiederholtem Umschütteln stehen gelassen. Die Kölbchen, in denen die Versuche angestellt wurden, waren samt Inhalt genau gewogen und wurden am Rückflußkühler so vorsichtig erhitzt, daß, obgleich die Flüssigkeiten ins Sieden kamen, die Verdunstungsverluste, die überdies nach dem Erkalten ersetzt wurden, höchstens 0,5 g betrugen, sodaß eine wesentliche Konzentrationsänderung durch Verdunstung nicht eintrat. Von den wiederum unter möglichster Vermeidung von Verdunstung erhaltenen Filtraten wurden je 20 ccm im gewogenen Kölbchen abdestilliert und die Rückstände bis zum konstanten Gewicht getrocknet. Von den so gefundenen Zahlen wurden die Mengen löslicher Substanzen, welche die Kohlen unter diesen Versuchsbedingungen an die Lösungsmittel abgaben, abgezogen. Sie betrugen für 20 ccm des Weingeist-Chloroformgemisches bei Tierkohle 2 mg, bei Fleischkohle 3,5 mg und bei Pflanzenblutkohle 5,5 mg, für 20 ccm Chloroform bei denselben Kohlen resp. 1,5, 1,5 und 8 mg.

Coffein.

I. Versuche in Weingeist-Chloroform-Mischung.

1. Mit Tierkohle.

a) 0,5%ige Lösung.

Versuchsbedingung	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,1000	0,0305	0,0695	69,5
1 " " 20°	0,1000	0,0300	0,0700	70,0
$\frac{1}{2}$ " " auf Dampfbad	0,1000	0,0305	0,0695	69,5

b) 1%ige Lösung.

Versuchsbedingung	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,2000	0,0845	0,1155	57,75
1 " " 20°.	0,2000	0,0850	0,1150	57,5
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,2000	0,0810	0,1190	59,5

c) 2,494%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,4988	0,3040	0,1948	39,05
1 " " 20°.	0,4988	0,3040	0,1948	39,05
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,4988	0,2980	0,2008	40,25

d) 4,9875%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,9975	0,7460	0,2515	25,22
1 " " 20°.	0,9975	0,7490	0,2485	24,91
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,9975	0,7070	0,2905	29,12

2. Mit Fleischkohle.

a) 0,503%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,1006	0,0430	0,0576	57,26
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,1006	0,0395	0,0611	60,74
6 " " "	0,1006	0,0400	0,0606	60,24

b) 1,002%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,2004	0,1095	0,0909	45,36
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,2004	0,1065	0,0939	46,85
6 " " "	0,2004	0,1050	0,0954	47,6

c) 2,496%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,4992	0,3520	0,1472	29,49
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,4992	0,3475	0,1517	30,39
6 " " "	0,4992	0,3465	0,1527	30,69

d) 4,8615%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,9723	0,7970	0,1753	18,03
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,9723	0,7845	0,1878	19,32
6 " " "	0,9723	0,7730	0,1993	20,5

3. Mit Pflansenblutkohle.

a) 0,5095%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,1019	0,0825	0,0194	19,04
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,1019	0,0795	0,0224	21,98
6 " " "	0,1019	0,0785	0,0234	22,97

b) 0,9995 %ige Lösung.

Versuchsbedingung	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,1999	0,1720	0,0279	13,96
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,1999	0,1710	0,0289	14,45
6 " " "	0,1999	0,1670	0,0329	16,46

c) 2,5 %ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,5000	0,4620	0,0380	7,6
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,5000	0,4380	0,0620	12,4
6 " " "	0,5000	0,4490	0,0511	10,22

d) 4,9955 %ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,9991	0,9485	0,0506	5,06
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,9991	0,9395	0,0596	5,97
6 " " "	0,9991	0,9365	0,0626	6,27

II. Versuche mit Chloroform.

1. Mit Tierkohle.

a) 0,4985 %ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,0997	0,0655	0,0342	34,3
1 " " 20°	0,0997	0,0655	0,0342	34,3
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,0997	0,0655	0,0342	34,3

b) 1,907 %ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,2014	0,1485	0,0529	26,27
1 " " 20°	0,2014	0,1480	0,0534	26,51
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,2014	0,1485	0,0529	26,27

c) 2,5035 %ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,5007	0,4125	0,0882	17,62
1 " " 20°	0,5007	0,4150	0,0857	17,12
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,5007	0,4150	0,0857	17,12

d) 4,9935 %ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,9987	0,8820	0,1167	11,71
1 " " 20°	0,9987	0,8790	0,1197	11,99
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,9987	0,8750	0,1237	12,39

2. Mit Fleischkohle.

a) 0,5030 %ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°	0,1006	0,0745	0,0261	25,95
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,1006	0,0715	0,0291	28,93
6 " " "	0,1006	0,0725	0,0281	27,93

b) 1,010%ige Lösung.

Versuchsbedingung	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,2020	0,1605	0,0415	20,55
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,2020	0,1585	0,0435	21,54
6 " " "	0,2020	0,1590	0,0430	21,29

c) 2,496%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,4992	0,4360	0,0632	12,66
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,4992	0,4375	0,0617	12,36
6 " " "	0,4992	0,4370	0,0622	12,46

d) 4,9925%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,9985	0,9175	0,0810	8,11
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,9985	0,9135	0,0850	8,51
6 " " "	0,9985	0,9115	0,0870	8,71

3. Mit Pflanzenblutkohle.

a) 0,5010%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,1002	0,0900	0,0102	10,2
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,1002	0,0910	0,0092	8,2
6 " " "	0,1002	0,0875	0,0127	12,7

b) 1,0025%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,2005	0,1870	0,0135	6,73
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,2005	0,1855	0,0150	7,48
6 " " "	0,2005	0,1855	0,0150	7,48

c) 2,496%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,4992	0,4775	0,0217	4,35
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,4992	0,4775	0,0217	4,35
6 " " "	0,4992	0,4760	0,0232	4,65

d) 4,987%ige Lösung.

$\frac{1}{2}$ Std. bei 20°.	0,9974	0,9780	0,0194	1,95
$\frac{1}{2}$ " auf Dampfbad	0,9974	0,9740	0,0234	2,35
6 " " "	0,9974	0,9720	0,0254	2,55

Zu Konzentrationsversuchen in wässriger Lösung, für die Koffein sich wegen seiner Schwerlöslichkeit nicht eignete, wurde Dextrose genommen, und zwar wurden je 50 ccm der Flüssigkeit mit 2,5 g Tierkohle eine Stunde unter öfterem Umschütteln stehen gelassen.

Dextrose.

Konzentration der Lösung Prozent	Angewandte Menge	Im Filtrat	Adsorbiert	
			absolut	in Prozent.
0,524	0,2620	0,1365	0,1255	47,9
1,044	0,5220	0,3139	0,2081	39,9
2,557	1,2785	0,9296	0,8489	27,3
5,028	2,514	2,0142	0,4998	19,9

Eine andere Reihe von Versuchen wurde zur Aufklärung der Frage unternommen, inwieweit die Anwendung von Kohle als Reinigungsmittel gefärbter Pflanzenauszüge zulässig ist, d. h. in welcher Weise die Ausbeute an den darin enthaltenen wirksamen Stoffen durch Adsorptionsverluste beeinträchtigt wird. Gleichzeitig sollte das Adsorptionsvermögen mit dem Entfärbungsvermögen verglichen werden und außerdem ermittelt werden, ob das Entfärbungsvermögen der Kohlen zur Vereinfachung von Alkaloidbestimmungen und dergleichen herangezogen werden könnte. Die Versuche wurden so ausgeführt, daß Alkaloidbestimmungen in Drogen in vergleichender Weise mit und ohne Kohle durchgeführt wurden. Zur Entscheidung obiger Frage konnten dann u. a. die Gewichtsmenge und die Färbung des jeweils resultierenden Alkaloidrückstands herangezogen werden. Versuche mit Opium und Chinafluidextrakt, über deren Einzelheiten die Inauguraldissertation von F. Türk Auskunft gibt, zeigten, daß Adsorptions- und Entfärbungsvermögen der verschiedenen Kohlen ungefähr Hand in Hand mit einander gehen und daß, wie von vornherein zu erwarten war, eine Anwendung der Kohlen zu Alkaloidbestimmungen und dergleichen in allen Fällen nicht in Betracht kommt, wo wässrige Flüssigkeiten entfärbt werden müssen. Dagegen schien eine derartige Anwendung bei Koffeinbestimmungen möglich, da hier die Entfärbung in Chloroformlösung vorgenommen wird und in dieser, wie die früheren Versuche zeigten, eine Adsorption so gut wie nicht eintritt. Um dies auch für die Bedingungen sicher zu stellen, unter denen die Bestimmungen nachher ausgeführt wurden, machten wir folgenden Versuch: 0,4745 g Koffein wurden mit etwa 5 g reinem Seesand vermischt, im Flückiger'schen Extraktionsapparat über eine Mischung von 2,5 g Tierkohle und 10 g Seesand geschichtet und 6 Stunden mit Chloroform extrahiert. Das so wiedergewonnene Koffein wog 0,4740 g. Wir führten die Koffeinbestimmungen demgemäß in folgender Weise aus: 5 g der Droge (Tee, Pasta Guarana, gebrannter Kaffee) wurden mit gewaschenem Seesand gemischt, mit Wasser in

einer Porzellanschale gut durchfeuchtet¹⁾ und auf dem Dampfbade so lange erwärmt, bis das Gemisch eben noch feucht war. Dann wurde es in einem Flückiger'schen Extraktionsapparat, dessen Abflußrohre mit einem Wattebausch verstopft war, über ein Gemenge von 2,5 g Kohle und 10 g Seesand geschichtet und 6 Stunden mit Chloroform extrahiert. Die nach dem Verdunsten des Chloroforms bleibenden Rückstände, die bei Anwendung von Tier- und Fleischkohle nahezu farblos waren, wurden in etwa 20 ccm heißem Wasser gelöst. Die Lösung wurde dann durch Erhitzen vollends von Chloroform befreit, analog dem empfehlenswerten Katz'schen Verfahren mit weißem Wachs (0,2 bis 0,5 g) versetzt und nachdem dieses geschmolzen war, unter kräftigem Schütteln abgekühlt. Die Filtrate wurden zuletzt in gewogenen Schälchen abgedampft, die Rückstände bis zum konstanten Gewicht getrocknet. Die Resultate waren bei Anwendung der verschiedenen Kohlenarten die folgenden:

a) Pasta Guarana.

Kohlensorte	Koffeingehalt Prozent	Farbe des Chloroformauszugs	Farbe des Koffeins
Tierkohle	3,39	fast farblos	fast weiß
Fleischkohle	3,33		
Pflanzenblutkohle	3,41	schwach gelb	schwach gelb
Blutkohle	3,49	rötlichbraun	stark gelb
Lindenkohle	3,59	"	"
Schwammkohle	3,47	"	"
Ohne Kohle nach Methode Katz	3,27	"	schwach gelb

b) Tee.

Tierkohle	3,29	farblos	schwach gelblich
Fleischkohle	3,31	fast farblos	gelblich
Pflanzenblutkohle	3,37	gelblich grün	
Blutkohle	3,71	dunkelgrün	hellgrün
Lindenkohle	3,61	"	"
Schwammkohle	3,67	"	"
Ohne Kohle nach Methode Katz	2,95	grün	schwach gelblich

Die Koffeinbestimmung in gebranntem Kaffee ergab sowohl nach der beschriebenen Methode, als der von Katz 1,51%. Das dabei erhaltene Koffein war indes schon bei Verwendung von Tierkohle gelblich gefärbt, sodaß Vergleichsversuche mit den übrigen Kohlen unterlassen wurden.

¹⁾ Ein Zusatz von Alkalien ergab, wie Kontrollversuche zeigten, keine erhöhte Ausbeute.

Versuche, die nach einer der geschilderten im Prinzip gleichen Methode, bei der jedoch Alkalien zur Anwendung kamen, mit Chinarinde und Strychnossamen angestellt wurden, ergaben kein günstiges Resultat.

Die Schlüsse, die aus unseren Versuchen gezogen werden können, sind folgende:

1. Die von uns benutzten Kohlensorten zerfallen bezüglich ihres Adsorptionsvermögens in zwei Gruppen, in eine stark und eine wenig oder garnicht adsorbierende. In die erste gehören Tier-, Fleisch- und Pflanzenblutkohle, in die zweite Blut-, Linden- und Schwammkohle. Am stärksten adsorbiert die Tierkohle, etwas weniger die Fleischkohle, beträchtlich weniger die Pflanzenblutkohle.
2. Die Adsorption ist für eine und dieselbe Kohle abhängig von dem Lösungsmittel der zu adsorbierenden Substanz. Sie ist am stärksten für die wässrige Lösung, geringer für Weingeist, Methylalkohol, Essigäther, Aceton, am geringsten für Chloroform.
3. Die Geschwindigkeit, mit der die Adsorption vor sich geht, ist abhängig von den Umständen, welche die Größe der Adsorption nach 1 und 2 beeinflussen. Sie ist demgemäß am größten für Tierkohle und die wässrige Lösung der zu adsorbierenden Substanz. Sie ist wenig abhängig von der Temperatur.
4. Aus konzentrierten Lösungen wird relativ weniger adsorbiert als aus verdünnten.
5. Alle Umstände, welche die Adsorption begünstigen, wirken in demselben Maße hindernd, wenn man versucht, die adsorbierten Substanzen wieder in Lösung zu bringen¹⁾.
6. Das Entfärbungsvermögen der Kohlen ist abhängig von ihrem Adsorptionsvermögen.

Für die Anwendung der Kohlen als Entfärbungsmittel ergibt sich:

- I. Die Kohlen müssen vor ihrer Verwendung sorgfältig gereinigt werden und zwar entweder durch wiederholtes Auskochen mit dem zu benutzenden Lösungsmittel oder durch Ausglühen und darauffolgendem Auswaschen mit Säuren und Wasser.

---

¹⁾ Wie schwer adsorbierte Substanzen wieder in Lösung zu bringen sind, zeigt auch folgender Versuch: 2,5 g Tierkohle, die aus einer wässrigen Lösung 0,5040 g Kodein adsorbiert hatten, wurden mit 100 g einer 1%igen wässrigen Salzsäure ausgekocht. In Lösung gingen 0,0150 g Kodein. Eine zweite Auskochung mit 100 g einprozentiger alkoholischer Salzsäure entzog 0,2670 g, sodaß mit diesen zwei Auskochungen erst 55,95% des festgehaltenen Kodeins gewonnen wurden.

- II. Man wende möglichst wenig Kohle an.
- III. Zur Erzielung einer Entfärbung ist es nicht notwendig, die zu entfärbende Flüssigkeit mit Kohle zusammen zu erwärmen; es genügt, mehrere Stunden bei gewöhnlicher Temperatur stehen zu lassen¹⁾.
- IV Die Entfärbung ist am besten nicht in wässriger Lösung vorzunehmen, weil in dieser die Verluste am größten sind. Die Lösung sei möglichst konzentriert (s. 4).
- V. Leicht oxydable Stoffe sollen nicht mit Tierkohle entfärbt werden, weil sie dadurch gleichzeitig teilweise oxydiert werden können²⁾.
- VI. Tierkohle und Fleischkohle lassen sich zu einer einfachen Koffein-Bestimmungsmethode verwenden.
- VII. Bei quantitativen Bestimmungen z. B. der des Zuckers in Wein und anderen Flüssigkeiten darf eine Entfärbung mit Kohle nicht stattfinden, außer, wenn nachgewiesen ist, daß eine Adsorption der zu bestimmenden Substanz unter den Versuchsbedingungen nicht stattfindet.

---

¹⁾ Man kann zu Entfärbungen auch ein ähnliches Verfahren anwenden, wie wir es zu den Koffeinbestimmungen verwendet haben und wie es bereits von Rochleder empfohlen wurde.

²⁾ Auf die oxydierende Wirkung der Kohlen, über die bereits einige Literaturangaben vorliegen, wurden wir durch das Aussehen der Rückstände aufmerksam, die bei den meist gewichtsanalytisch durchgeführten Versuchen zur Wägung gelangten. Sie waren, obgleich immer reine Substanzen angewendet wurden, und die Kohlen keine färbenden Substanzen ergaben, häufig stark gefärbt. Wir haben darauf die Wirkung der Kohlen auf Guajakonsäure, Aloin, Jodkalium, Benzocatechin, Pyrogallol u. dergl. geprüft. Am stärksten oxydiert Blutkohle, die selbst Jodkalium oxydiert, die einzige nicht oxydierende ist die Lindenkohle. Freie Basen befördern, wie nach den von Prof. Schär früher ausgeführten Versuchen zu erwarten war, auch hier die Oxydation. Kodein z. B. war stets mehr gefärbt als Kodeinphosphat. Bei oxydablen Alkaloiden wendet man deshalb zur Entfärbung besser die Salze als die freien Basen an.