

## Mitteilungen aus dem chemischen Laboratorium Fresenius zu Wiesbaden.

### Zur Verkokungsprobe.

Von

**O. Binder.**

(Mit Abbildungen.)

Die Verkokungsprobe besteht bekanntlich darin, dass die zu untersuchende Kohle in einem Platintiegel bei Luftabschluss, also mit einem Deckel verschlossen, so lange erhitzt wird, bis keine Gase mehr entweichen.

Der Rückstand, welcher im Tiegel bleibt, ist Koks, fast reiner Kohlenstoff nebst der Asche, während Wasser und die flüchtigen Bestandteile entweichen.

Die ganze Untersuchung ist in einer Viertelstunde bequem auszuführen und gibt gut übereinstimmende Resultate.

Bei der Ausführung wägt man 1—2 g Kohle ab und setzt den Tiegel so über einen Bunsen-Brenner, dass der Boden des Tiegels ungefähr 3—4 cm von der Brennermündung entfernt ist; die Flamme soll wenigstens 18 cm hoch sein.

Bis jetzt wurde diese einfache und schnell auszuführende Methode fast nur auf die Prüfung von Kohlen und Brennstoffen verwendet; nur Muck hat in seiner Steinkohlenchemie auch einige andere organische Körper verkocht, jedoch nicht in der Absicht, diese Art der Untersuchung auf jene Substanzen auszudehnen, sondern lediglich, um den Einfluss eines verschiedenen Aschengehaltes, der zugesetzt wurde, auf die Koksausbeute zu studieren, und um aus diesen Ergebnissen auf die Koksausbeute von Kohlen gleicher Zusammensetzung, aber mit wechselndem Aschengehalt, zu schliessen.

Zieht man in Betracht, dass schon bei der Verkokung der Kohlen die Koksausbeute sehr verschieden, und dass ferner auch die Form des im Tiegel zurückbleibenden Kokskuchens eine sehr charakteristische ist, so liegt es nahe, diese Methode auch auf andere organische Körper anzuwenden.

Es ist vielleicht möglich, durch Versuche, die mit Verbindungen von bekannter chemischer Konstitution angestellt werden, neue Gesichtspunkte zu gewinnen.

Bei der Anwendung dieser Methode auf die Untersuchung von Nahrungsmitteln und Gebrauchsgegenständen könnte diese Art der Untersuchung vielleicht als Kontrolle für deren Reinheit dienen

Um die Unterschiede zu zeigen, die stattfinden, will ich folgende Versuche mitteilen. Die Zahlen sind nicht als endgültig anzusehen, da die Versuche mit käuflichen, luftgetrockneten Handelswaren ausgeführt sind; auch ist der Aschengehalt nicht berücksichtigt, doch dürfte derselbe bei seinem geringen Betrag keinen Einfluss ausüben.

Untersucht wurden:

1. Gummi, Stärke, Zellulose (aus Muck entnommen), Rohrzucker, Dextrin, Milchzucker und Katechu.

Gummi, Stärke, Zellulose und Dextrin haben bekanntlich die gleiche Formel  $C_6H_{10}O_5$ .

An Koks wurden erhalten:

	Gummi	Stärke	Zellulose	Dextrin
	17,73 (aschenfrei)	9,90	—	4,40 %
nach Muck	20,42	9,40	6,71	4,40 %

Der Gesamtkohlenstoffgehalt dieser vier Kohlenhydrate ist 44,44 %.

Es ist gewiss interessant, dass bei gleicher Zusammensetzung das Gummi den vierfachen Betrag an festem Kohlenstoff zurücklässt wie das Dextrin.

Die Form der erhaltenen Koksstücke ist in den Figuren 28—30 dargestellt.

Fig. 28.

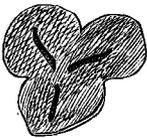
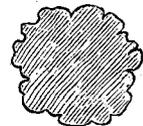


Fig. 29.



Fig. 30.



Gummi.



Stärke.



Dextrin.

Zellulose fehlt.

Der Koksrückstand von Gummi ist sehr fest, der von der Stärke locker und mit Russ beschlagen, der vom Dextrin stark aufgebläht, hohl und glänzend.

2.	Rohrzucker	Milchzucker	Katechu
Formel	$C_{12}H_{22}O_{11}$	$C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$	—
Koks	7,79	5,71	36,55 %
nach Muck:	9,24	5,77	—
Gehalt an C	42,11 %	42,11 %	(respektive 40,00 %)

Die Form der Kokskuchen zeigen die Figuren 31—33.

Fig. 31.



Rohrzucker.

Fig. 32.



Milchzucker.

Fig. 33.



Katechu.

Der Koks von Zucker ist glänzend, stark geschmolzen und hohl, der von Milchzucker ebenfalls geschmolzen, braun und blau angelaufen.

Da Katechu kein chemisches Individuum ist, so lassen sich die für denselben erhaltenen Zahlen natürlich nicht für theoretische Spekulationen verwenden; bemerkenswert ist aber die Form des Koksrückstandes, die eine grosse Ähnlichkeit mit dem Koks von backenden Kohlen hat. Ebenso zeigt der Koks der Stärke eine grosse Ähnlichkeit mit dem Rückstand von Gas- und Sinterkohlen.

Bei den drei letzten Abbildungen sind die Ansichten von oben weggelassen, da dieselben nichts besonderes zeigten.

Nach dem hier Mitgeteilten dürfte es nicht unwahrscheinlich sein, dass sich bei Verfolgung dieses Gegenstandes bei Kohlen auch vielleicht Schlüsse auf die Zusammensetzung der Kohlensubstanz ziehen lassen.

Von Substanzen bekannter chemischer Konstitution kämen für die Untersuchung in Betracht: Weinsäure, Zitronensäure, Fumarsäure, Äpfelsäure, Tannin, Kohlehydrate und so weiter, eventuell auch deren Salze, überhaupt alle Verbindungen, die nicht unzersetzt flüchtig sind.

Vielleicht lassen sich Gesetzmäßigkeiten ableiten, unter welchen Bedingungen fester Kohlenstoff abgeschieden wird.

Eventuell hängt es von der Konstitution oder dem Molekulargewicht ab.

Mit der Verkokungsprobe wäre auch eine Untersuchung der gebildeten Gase zu verbinden, was bei dem heutigen Standpunkt der Gasanalyse eine schnell ausführbare Arbeit ist, die ebenfalls interessante Tatsachen ergeben könnte.

---

## Ein Beitrag zur gewichtsanalytischen Bestimmung der Salpetersäure nach M. Busch mittels Nitrons.

Von

**Peter Pooth.**

Wegen der Wichtigkeit der gewichtsanalytischen Methode zur Bestimmung der Salpetersäure nach M. Busch<sup>1)</sup> habe ich mit derselben einige Versuche angestellt und erlaube mir meine Erfahrungen nachstehend mitzuteilen, da sie die Angaben anderer Autoren, insbesondere diejenigen von A. Hes<sup>2)</sup> in mancher Hinsicht ergänzen.

Bei meinen Versuchen befolgte ich die von M. Busch gegebenen Vorschriften<sup>3)</sup> peinlich genau. Bei der Herstellung der Nitronlösung fand ich ein Erwärmen immer notwendig, auch möchte ich vorschlagen, einen nicht zu grossen Vorrat der Lösung herzustellen, auf alle Fälle sie aber in einer gut verschliessbaren Flasche und vor Licht geschützt aufzubewahren.

Stanley W. Collins<sup>4)</sup> wünscht sogar die Lösung in einer Kohlenmonoxyd-Atmosphäre aufgehoben, doch abgesehen von der damit verbundenen Gefahr, dürfte dieser Vorschlag bei der praktischen Durchführung auch sonst noch auf Schwierigkeiten stossen. Ich stellte mir

---

1) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **38**, 861; diese Zeitschrift **45**, 62.

2) Diese Zeitschrift **48**, 81.

3) l. c.

4) The Analyst **32**, 349.