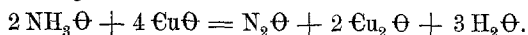


in alkalischer siedender Lösung oxydirt wird. Die Reaction erfolgt nach der Gleichung:



Die quantitative Bestimmung des Theobromins im Cacao und in der Chocolate. G. Wolfram*) benutzt die Fällbarkeit des Theobromins aus saurer Lösung durch phosphorwolframsaures Natron zu seiner quantitativen Bestimmung. Als Reagens diente eine Lösung von 100 g wolframsaurem Natron und 60—80 g phosphorsaurem Natron in 500 cc mit Salpetersäure angesäuertem Wasser. Es ist zu bemerken, dass der Niederschlag nur entsteht in stark saurer, mindestens 6 % wasserfreie Salpeter- oder Schwefelsäure haltender Flüssigkeit und bei Zusatz eines grossen Ueberschusses von phosphorwolframsaurem Natron.

Das Verfahren ist folgendes:

Liegen geschälte Cacaobohnen zur Untersuchung vor, so werden dieselben vor Allem im heissen Mörser zum dickflüssigen Brei zerrieben. 10 g dieser Masse, oder 20—30 g Chocolate, werden längere Zeit mit kochendem Wasser behandelt, mit ammoniakalischem Bleiessig oder Bleizucker bis zum geringen Ueberschuss versetzt, heiss filtrirt und mit heissem Wasser so lange ausgewaschen, bis das angesäuerte Filtrat mit phosphorwolframsaurem Natron beim Erkalten keine Spur eines Niederschlages gibt. Es werden zum Auswaschen, welches sehr schnell von Statten geht, ungefähr 700—800 cc Wasser gebraucht. Das Filtrat, welches bei Ueberschuss an ammoniakalischem Bleizucker wasserhell erscheint, wird mit Natronlauge versetzt und bis auf ca. 50 cc Flüssigkeit eingedampft, mit Schwefelsäure stark angesäuert und das gefällte schwefelsaure Blei abfiltrirt. Das Filtrat wird mit einem grossen Ueberschusse von phosphorwolframsaurem Natron gefällt. Die Abscheidung des schleimigen, gelbweissen Niederschlages in Flocken wird durch gelindes Erwärmen und Umrühren beschleunigt. Nach einigen Stunden wird die erkaltete Flüssigkeit filtrirt und mit Hülfe von 6—8 procentiger Schwefelsäure auf's Filter gebracht und damit ausgewaschen. Darauf wird das Filter mit dem Niederschlage in einem Becherglase mit Aetzbarylösung bis zur stark alkalischen Reaction versetzt, die Zersetzung durch Wärme erleichtert, das überschüssige Barythydrat

*) Jahresbericht der Königl. Chem. Centralstelle f. öffentliche Gesundheitspflege in Dresden 1878. Vom Verf. eingeschickt.

durch Schwefelsäure neutralisirt und ein möglicher Ueberschuss derselben durch Milch von kohlensaurem Baryt gebunden.

Die Flüssigkeit, welche das Theobromin gelöst enthält, wird heiss filtrirt und der Niederschlag heiss ausgewaschen. Das Filtrat wird in einer Platinschale eingedampft, getrocknet und gewogen. Da neben Theobromin stets noch eine geringe Menge Barytsalze, hauptsächlich doppeltkohlensaurer Baryt, gelöst ist, so wird das Alkaloid durch Glühen verjagt, der Rückstand mit kohlensaurem Ammoniak befeuchtet, eingedampft, erhitzt, zurückgewogen, und die Differenz der beiden Wägungen als Theobromin in Rechnung gebracht.

Dass es möglich ist nach dieser Methode Theobromin mit sehr grosser Genauigkeit zu bestimmen, mögen folgende Versuche zeigen.

0,1688 *g* getrocknetes Theobromin wurden in Salpetersäure gelöst, mit phosphorwolframsaurem Natron ausgefällt und nach der oben angegebenen Methode bestimmt. Der Verdampfungsrückstand in der Schale betrug:

Verdampfungsrückstand: 0,2115 *g*

Glührückstand: 0,0443 «

Theobromin 0,1672 *g*

0,1627 *g* Theobromin gaben bei der Bestimmung:

Verdampfungsrückstand: 0,2570 *g*

Glührückstand: 0,0955 «

Theobromin 0,1615 *g*

0,1612 *g* Theobromin gaben bei der Bestimmung:

Verdampfungsrückstand: 0,1871 *g*

Glührückstand: 0,0260 «

Theobromin 0,1611 *g*

Nach der beschriebenen Methode wurden von 6 Cacaosorten Bestimmungen des Theobromins in den Bohnen und in den Schalen ausgeführt, und zugleich auch der Gehalt der Bohnen an Fett, sowie der Gehalt der Bohnen und der Schalen an Asche bestimmt. Die Asche wurde mit heissem Wasser ausgelaugt, das Filtrat titirt und die verbrauchte Säuremenge auf kohlensaures Kali berechnet.

Zur Extraction des Fettes wurde Petroleumäther verwendet, welcher dem Aethyläther zu diesem Zwecke weit vorzuziehen ist.

100 *g* lufttrockne, rohe Cacaobohnen gaben nach dem Waschen, Schälen und Trocknen:

	Bohnen	Schalen	Waschwasser enthielt Theobromin:
	<i>g</i>	<i>g</i>	<i>g</i>
Caracas-Cacao . .	82	8	nicht bestimmt
Guayaquil-Cacao . .	87	9	0,026
Domingo-Cacao . .	80	8	0,028
Bahia-Cacao . . .	85	8	0,008
Puerto-Cabello-Cacao	85	9	0,020
Tabasco-Cacao . .	86	9	0,005
100 <i>g</i> bei 100° C. getrocknete Bohnen (geschält) enthielten:			

	Asche	kohlens. Kali	Fett	Theobromin
	<i>g</i>	<i>g</i>	<i>g</i>	<i>g</i>
Caracas-Cacao . .	3,68	0,51	53,8	1,63
Guayaquil-Cacao . .	3,81	0,61	50,6	1,63
Domingo-Cacao . .	3,02	0,74	51,5	1,66
Bahia-Cacao . . .	3,35	0,41	51,7	1,64
Puerto-Cabello-Cacao	3,59	0,54	49,9	1,46
Tabasco-Cacao . .	4,33	1,22	52,6	1,34

100 *g* bei 100° getrockneter Schalen enthielten:

	Asche	kohlensaures Kali	Theobromin
	<i>g</i>	<i>g</i>	<i>g</i>
Caracas-Cacao . . .	13,32	2,00	1,11
Guayaquil-Cacao . .	5,99	2,29	0,97
Domingo-Cacao . . .	10,61	0,75	0,56
Bahia-Cacao	5,13	1,94	0,71
Puerto-Cabello-Cacao	9,28	1,35	0,81
Tabasco-Cacao . . .	5,87	1,61	0,42

Der jetzt so vielfach besprochene holländische Cacao enthielt:

in 100 *g* 1,65 *g* Theobromin.

Das Reductions-Verhältniss der Zuckerarten zu alkalischer Kupferlösung. F. Soxhlet*) hat das Verhalten verschiedener Zuckerarten zu alkalischer Kupferlösung einer eingehenden Prüfung unterworfen und gefunden, dass das Reductionsvermögen der Zuckerarten gegenüber alkalischer Kupferlösung nicht durch ein bestimmtes Aequivalent-Verhältniss ausgedrückt werden kann, da ein Gewichtstheil Zucker ganz verschiedene Mengen Kupferoxyd reducirt, je nachdem derselbe auf eine mehr oder minder kupferreiche Flüssigkeit einwirkt. Die

*) Chem. Centralblatt 1878, 218 u. 236.