Zeitschrift

für

Untersuchung der Nahrungs- und Genußmittel, sowie der Gebrauchsgegenstände.

Heft 6.

15. März 1906.

11. Band.

Anwendung des Zeiß'schen Eintauchrefraktometers in der Nahrungsmittelanalyse¹⁾.

Von

Dozent Josef Hanus und Karl Chocenský.

Mitteilung aus dem Laboratorium für Nahrungsmittelchemie an der
K. k. böhmischen technischen Hochschule in Prag.

Auf dem fünften internationalen Kongreß für angewandte Chemie hat Professor H. Matthes in der ersten Sektion am 5. Juli einen Vortrag²⁾ „Über refraktometrisch-analytische Bestimmungsmethoden“ gehalten. Die Versuchsergebnisse, die er mit dem neuen Eintauchrefraktometer der Firma Zeiß in Jena erhalten hatte, faßte er in folgende Sätze zusammen:

„Meiner Meinung eignet sich die Methode der Refraktometrie überhaupt am besten zur Feststellung der Reinheit chemischer Verbindungen und zur quantitativen Bestimmung ebenfalls chemisch reiner Verbindungen. . . . Ein abschließendes Urteil über den Wert der Refraktometrie als quantitative Bestimmungsmethode läßt sich noch nicht geben. Es bedarf hierzu noch vieler Arbeit und eingehender Prüfung. Soviel läßt sich mit Sicherheit sagen, daß das Eintauchrefraktometer z. B. zur Kontrolle einer sehr großen Anzahl von Normallösungen ganz vorzügliche Dienste leistet. . . . Hervorragende Dienste kann aber das Eintauchrefraktometer bei der Prüfung der chemischen Verbindungen, z. B. der üblichen Reagentien auf ihre Reinheit leisten. . . . Auch für den Fabrikbetrieb wird in dieser Richtung die Refraktometrie erfolgreich angewendet werden können. . . .“

Von den bis jetzt angestellten Versuchen mit der Refraktometrie seien folgende angeführt:

B. Wagner³⁾ hat auf Grund zahlreicher Beobachtungen Tabellen aufgestellt zur Bestimmung von Chlornatrium (0—20⁰/o), Bromnatrium (0—20⁰/o), Jodnatrium (0—20⁰/o), Chlorkalium (0—25⁰/o), Bromkalium (0—20⁰/o), Jodkalium (0—20⁰/o), Mischung von Chlornatrium und Chlorkalium (1—100⁰/o), Chlorwasserstoff (0—14⁰/o), Schwefelsäure (0—29⁰/o), Phosphorsäure (0—33⁰/o), Salpetersäure (0—25⁰/o), Essigsäure (0—50⁰/o), Formaldehyd (0—26⁰/o), Saccharose (0—21⁰/o), Glykose (0—22⁰/o), Alkohol (0,04 bis 10⁰/o), Bier- (Wein-)Extrakt (0—20⁰/o), wodurch die Bestimmung jener Stoffe in Lösungen sehr erleichtert worden ist.

¹⁾ Vorgelegt der Königl. böhmischen Gesellschaft der Wissenschaften etc. in Prag am 7. Juli 1905.

²⁾ Bericht V. internationaler Kongreß für angewandte Chemie 1, 305.

³⁾ Über quantitative Bestimmungen wässriger Lösungen mit dem Zeiß'schen Eintauchrefraktometer. Sondershausen 1903.

H. Matthes und F. Müller¹⁾ bestimmten den refraktometrischen Wert des Milchserums aus der Gegend von Jena auf 40° der Teilung und schließen auf Verdünnung der Milch, wenn der Wert unter 40° liegt. Es ist dies zweifellos eine schnellere Methode, als die Bestimmung des spez. Gewichtes.

E. Ackermann und O. von Spindler²⁾ bestimmen den Bierextrakt in dieser Weise.

H. Kionka³⁾ benutzte das Eintauchrefraktometer zur Unterscheidung von künstlichen und natürlichen Mineralwässern.

E. Ackermann und A. Steinmann⁴⁾ haben eine Tabelle zur Bestimmung des Alkoholgehaltes von Bier im Destillate desselben ausgearbeitet; ihre Befunde stimmen mit denen von Wagner überein.

Inzwischen erschien ein interessanter Vortrag von B. Wagner⁵⁾ über neue Methoden der quantitativen Bestimmung mit dem Zeiß'schen Eintauchrefraktometer, in welchem der Vortragende, indem er anstatt den Niederschlag zu trocknen und zu wägen, denselben in einem passenden Lösungsmittel von bekannter Refraktion löst und die so erhaltene Lösung refraktometrisch untersucht, eine neue Bestimmungsweise vorschlägt.

In der vorliegenden Arbeit, die einen Teil der in dieser Richtung beabsichtigten Untersuchungen über die Verwendung des Refraktometers in der Nahrungsmittelchemie bildet, unternahmen wir es, auf Grund refraktometrischer Beobachtungen den Gehalt wässriger Lösungen an Koffein zu bestimmen. Wir bemerkten nämlich, daß beim Wägen des Koffeins als Abdampfrückstand seiner wässrigen Lösung bei der Analyse große Fehler dadurch entstehen können, daß je nach der Art und Weise, wie man das zurückgebliebene Koffein trocknet, mit dem letzten Reste Wasserdampf auch Koffein sich verflüchtigt.

Zur genauen Feststellung dieser Tatsache führten wir folgenden Versuch aus: Käufliches Koffein wurde mehrmals aus Wasser umkrystallisiert; es hatte, bei 85° C getrocknet, den Schmelzpunkt 229° C. Auch aus anderen Lösungsmitteln, wie Tetrachlorkohlenstoff und Chloroform, umkrystallisiert, zeigte es denselben Schmelzpunkt. Um die Reinheit vollkommen sicher festzustellen, wurde der Stickstoffgehalt nach dem Verfahren von Dumas bestimmt; er entsprach der Formel $C_8H_{10}O_2N_4$.

Das so gewonnene reine Präparat wurde in weithalsige Trockenfläschchen, die, mit eingeschliffenen Stöpseln versehen, bei den Versuchstemperaturen getrocknet und dann gewogen waren, gebracht. Nach dem Wägen wurde das Koffein in 75 ccm heißem Wasser gelöst, und auf dem Wasserbade fast zur Trockne eingedampft.

Nach jeder Stunde wurde gewogen. Nach dem letzten Wägen wurde der Rest, der in einigen Fällen an den Wänden der Fläschchen in Form von krystallischem Anflug aufsublimiert war, wieder in 75 ccm heißem Wasser gelöst und von neuem eingedampft und getrocknet. Die Versuchsergebnisse sind in der folgenden Tabelle enthalten:

¹⁾ Zeitschr. öffentl. Chem. 1903, 9, 173.

²⁾ Zeitschr. ges. Brauwesen 1903, 26, 53.

³⁾ Balneologische Zeitung 14, No. 34.

⁴⁾ Zeitschr. ges. Brauwesen 1905, 28, 259—260; Chem. Centrbl. 1905, I, 1672.

⁵⁾ Zeitschr. öffentl. Chemie 1905, 11, 404.

No.	Art der Trocknung	Dauer der Austrocknung Stunden	Nach der ersten Auflösung			Nach der zweiten Auflösung		
			Gelöst	Wiedergefunden	Differenz	Gelöst	Wiedergefunden	Differenz ¹⁾
			g	g	%	g	g	%
I	85° C Lufttrockenschrank	1	0,0985	0,1004	+1,93	0,0974	0,0984	+1,03
		2	0,0985	0,0999	+1,42	0,0974	0,0981	+0,72
		3	0,0985	0,0989	+0,41	0,0974	0,0975	+0,10
		4	0,0985	0,0974	-1,12	0,0974	0,0970	-0,41
II	100° C Lufttrockenschrank	1	0,1720	0,1663	-3,31	0,1472	0,1466	-4,08
		2	0,1720	0,1595	-7,21	0,1472	0,1303	-11,48
		3	0,1720	0,1508	-12,33	0,1472	0,1283	-12,84
		4	0,1720	0,1472	-15,00	0,1472	0,1228	-16,58
III	Borgmann'scher Wassertrockenschrank	1	0,0696	0,0706	+1,58	0,0696	0,0704	+1,15
		2	0,0696	0,0700	+0,57	0,0696	0,0702	+0,86
		3	0,0696	0,0700	+0,57	0,0696	0,0700	+0,57
		4	0,0696	0,0700	+0,57	0,0696	0,0700	+0,57
IV	Gewöhnlicher Wassertrockenschrank	1	0,0630	0,0645	+2,38	0,0627	0,0638	+1,75
		2	0,0630	0,0636	+1,02	0,0627	0,0631	+0,65
		3	0,0630	0,0632	+0,24	0,0627	0,0628	+0,16
		4	0,0630	0,0627	-0,48	0,0627	0,0625	-0,32

Aus den angeführten Versuchen ergibt sich, daß ein Teil des Koffeins schon bei 4-stündigem Trocknen bei 85° C sich mit den letzten Resten des Wassers verflüchtigt, während es bis dahin solches sehr hartnäckig zurückhält. Bei der Temperatur von 100° sind bedeutende Verluste durch Sublimation schon in der ersten Stunde zu verzeichnen. Im Borgmann'schen Wassertrockenschranke verliert das Koffein die letzten Reste von Wasser nicht einmal durch 4-stündiges Trocknen vollständig, was wohl darauf zurückzuführen ist, daß durch die kleinen Luftöffnungen die Zirkulation des Wasserdampfes sehr erschwert ist. Bei dem gewöhnlichen Wassertrockenschranke gelangt man zu den richtigsten Ergebnissen.

Mit Rücksicht auf diese Tatsache schien uns die Anwendung des Refraktometers zur Bestimmung des Koffeingehaltes wässriger Lösungen zweckmäßig zu sein; denn es wäre dabei überhaupt nicht notwendig, die Lösung zu verdampfen und den Rückstand zu trocknen, sondern man müßte die Lösung auf ein bestimmtes Volumen verdünnen und die Refraktionskonstante der Lösung bestimmen. Wir haben uns daher entschlossen, die Refraktionswerte für wässrige Lösungen des Koffeins zu bestimmen. Hierbei wurden alle Bedingungen berücksichtigt, die ihre Genauigkeit sicherstellen. Das verwendete Koffein war auf die oben angeführte Weise gereinigt und daher vollkommen rein. Die Tabelle wurde auf die Normaltemperatur von 17,5° C bezogen, bei der das destillierte Wasser den Refraktionswert 15 der Skala zeigt. Zum genauen

¹⁾ Die prozentuale Differenz ist auf den bei den ersten Versuchen gebliebenen und wieder aufgelösten Rückstand berechnet. Nur in der Versuchsreihe III (Borgmann'scher Wassertrockenschrank) ist die Rechnung auf die ursprünglich eingewogene Substanz bezogen.

Verdünnen der Lösungen wurden die Kolben für $17,5^{\circ}\text{C}$ auskalibriert. Es wurde in folgender Weise verfahren:

In Kolben von 50 ccm Inhalt wurden genau abgewogene Mengen Koffein gespült, gelöst, bei $17,5^{\circ}\text{C}$ zur Marke aufgefüllt und die so erhaltene Lösung refraktometrisch untersucht. Während der Versuche wurde festgestellt, daß auf die Temperatur der Lösung nicht nur die Temperatur des Bades, in dem sich die Bechergläser befinden, sondern auch die der Umgebung von Einfluß ist; wir begnügten uns deshalb nicht damit, die Lösung bei der Temperatur von $17,5^{\circ}\text{C}$ eine Viertelstunde stehen zu lassen, sondern kontrollierten ihre Temperatur, indem wir von Zeit zu Zeit mit dem Thermometer rührten; denn wir haben dabei die Beobachtung gemacht, daß die unteren Partien der Lösung immer die Temperatur des Bades annahmen, die oberen jedoch immer wärmer waren.

Fig. 4.

Für die genaue Bestimmung schlagen wir daher die Verwendung der nebenstehend (Fig. 4) abgebildeten Bechergläser mit spiralförmig gedrehtem Thermometer als am geeignetsten vor.

Die Beobachtungen wurden von uns beiden ausgeführt und aus den abgelesenen Werten, die übrigens nur wenig differierten, das Mittel berechnet. Zur Kontrolle wurden einzelne Ablesungen durch Mitarbeiter im Laboratorium kontrolliert, um persönliche Fehler auszuschließen. Selbstverständlich wurde das Refraktometer mit destilliertem Wasser von $17,5^{\circ}$ stets geprüft und falls sich Abweichungen vorfanden, wurde es entsprechend justiert.

Auf diese Weise wurden 17 Bestimmungen ausgeführt, die in die folgende Tabelle eingetragen sind.

Koffein in 50 ccm Wasser g	Skalenteile des Refraktometers	Koffein in 50 ccm Wasser g	Skalenteile des Refraktometers	Koffein in 50 ccm Wasser g	Skalenteile des Refraktometers
0,010	15,10	0,080	15,80	0,250	17,50
0,020	15,20	0,100	16,00	0,300	18,00
0,030	15,30	0,125	16,26	0,350	18,50
0,040	15,41	0,150	16,50	0,400	19,01
0,050	15,50	0,175	16,75	0,500	20,00
0,060	15,62	0,200	17,02		

Um die Frage zu entscheiden, ob für dieselbe Menge Koffein, aber in 100 ccm Wassers gelöst, die Angaben des Refraktometers halb so groß sind wie für das Volumen von 50 ccm oder ob sich stärkere Abweichungen zeigen, wurde eine Reihe von Refraktationswerten auch für das Volumen von 100 ccm bestimmt; dabei wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Angewendetes Koffein	0,03 g	0,10 g	0,20 g	0,35 g	0,50 g
Skalenteile des { bei 50 ccm Lösung	15,30	16,00	17,02	18,50	20,00
Refraktometers { „ 100 „ „	15,15	15,50	16,00	16,75	17,50

Wie nach den schon ausgeführten Bestimmungen zu erwarten war, zeigte das Refraktometer für das Volumen 100 ccm die halben Werte, wie für 50 ccm, sodaß die Refraktion der Konzentration der Lösung direkt proportional ist. Die tabellarische Zusammenstellung der den verschiedenen Koffeingehalten entsprechenden Refraktometerwerte findet sich am Schlusse dieser Arbeit.

Auf Grund dieser Bestimmungen wurden die prozentualen Mengen von Koffein (g in 100 ccm) auf die Abszisse, die Skalenteile auf die Ordinate des Koordinatensystems aufgetragen und zwar bis zur Konzentration von 1 %, da die ziemlich geringe Löslichkeit des Koffeins über diese Zahl hinauszugehen nicht erlaubte. Die Refraktationswerte für die grundlegenden Punkte 0,2 % und 1 % wurden einigemal von verschiedenen Beobachtern bestimmt. Um die Gleichung der Linie zu berechnen, haben wir in die Formel, wie sie Wagner angibt:

$$y = 15 + ax + bx^2,$$

worin y die Skalenteile, x den Prozentgehalt an Koffein, a und b Konstanten bedeuten, für y die Werte 16 und 20, die für 0,2 % und 1 % Koffein abgelesen wurden, gesetzt. Es ergibt sich dann, daß die Konstante $b = 0$ ist, und die Formel in die Gleichung einer Geraden

$$y = 15 + 5x$$

übergeht, woraus folgt:

$$x = \frac{y - 15}{5}$$

(giltig nur für die Konzentration von 0 — 1 % und für das Volumen 100 cm).

Nach dieser Formel läßt sich der Prozentgehalt x für jeden Refraktationswert y berechnen.

Um die Ergebnisse noch weiter zu kontrollieren, ließen wir durch Herrn Rudolf Hac zwei uns unbekannte Mengen Koffein abwägen, die in 100 ccm Wasser gelöst und refraktometrisch bestimmt wurden. Die gefundenen Werte zeigen eine vollkommen befriedigende Übereinstimmung:

Skalenteile	Gefunden	Angewendet	Gefunden in % der angewendeten Menge
15,86	0,1720 g	0,1727 g	99,51 %
16,18	0,2260 „	0,2266 „	99,62 „

Endlich suchten wir die refraktometrisch gewonnenen Ergebnisse mit den mittelst anderer Methoden gewonnenen zu vergleichen. Von den empfohlenen Methoden zogen wir die von Hilger und Juckenack¹⁾ und die von Keller²⁾ in Rücksicht.

Die erstere deshalb, weil sie unter die vereinbarten Methoden der deutschen Nahrungsmittelchemiker aufgenommen ist, die zweite deshalb, weil sie wegen ihrer Schnelligkeit und Genauigkeit vielen Beifall gefunden hat.

Die Methode von Hilger und Juckenack beruht hauptsächlich darauf, daß der Thee mittels größerer Mengen Wasser extrahiert wird, aus dem wässerigen Extrakte die gelösten Eiweißstoffe und Gerbstoffe usw. gefällt werden und die so

¹⁾ Vereinbarungen zur einheitlichen Untersuchung und Beurteilung von Nahrungs- und Genußmitteln sowie Gebrauchsgegenständen für das Deutsche Reich. Heft III, S. 52.

²⁾ Berichte der deutschen Pharmazeutischen Gesellschaft 1897, 7, 105.

erzielte geklärte Wasserlösung unter Zusatz eines Verdünnungsmittels zur Trockne verdampft wird. Der Rückstand wird dann mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Alle Methoden, die auf einer Extraktion des Thees mit Wasser beruhen, können keinen Anspruch auf streng analytische Genauigkeit machen, schon aus dem Grunde nicht, weil man eine große Menge Wasser anwenden muß, um eine quantitative Extraktion des Koffeins aus dem Thee zu erzielen. Wir untersuchten den nach der Methode von Hilger und Juckenack extrahierten Thee stets nach der Sublimationsmethode von Nestler¹⁾ und erhielten immer einen schwachen Anflug, der unter dem Mikroskope sich aus zerstreuten Koffeinkristallen bestehend erwies, ein Beweis, daß trotz aller Sorgfalt, mit welcher die Vorschrift befolgt worden war, die Extraktion des Thees unvollständig war. Andererseits ist es unmöglich, das Koffein ganz von fremden Stoffen zu befreien, die dann bei der Extraktion mittels Tetrachlorkohlenstoffes wie wir uns oft überzeugt haben, in diesen übergehen, da einerseits die erzielten Tetrachlorkohlenstofflösungen grünlich gefärbt sind, andererseits sich aus denselben im Wasser unlösliche Flocken abscheiden. Diese Erfahrungen wurden vollends bestätigt durch Versuche, die wir zum Zwecke der Vergleichung der refraktometrischen Methode mit den angeführten gewichtsanalytischen Methoden ausführten. Es wurden nämlich nach der Methode von Hilger und Juckenack in einem Falle 0,2340 g, im zweiten 0,2046 g Koffein gefunden, die nun in heißem Wasser gelöst, und in einen 100 ccm Kolben filtriert wurden, worauf nach gründlichem Waschen die abgekühlte Lösung bei 17,5° C bis zur Marke verdünnt und ihr Brechungsindex bestimmt wurde. Das Refraktometer ergab die Werte 16,1° und 15,95°, woraus nach der Formel $x = \frac{y - 15}{5}$ sich für den ersten Fall 0,22 g, für den zweiten 0,19 g

Koffein ergeben. Es wurde also im ersten Falle um 6,3 %, im zweiten um 7,7 % mehr gefunden, welches Plus auf die Verunreinigungen des extrahierten Koffeins zurückzuführen ist. Man darf also sich nicht wundern, daß eine Kontrolle der nach der angeführten Methode erzielten Werte auf Grund der Stickstoffbestimmung warm empfohlen wird. Da aber die Bestimmung des Stickstoffes eine ziemlich langwierige Arbeit ist, wäre es von Vorteil sie durch die Bestimmung des Brechungsindex der Koffeinelösung mittels des Eintauchrefraktometers zu ersetzen. Freilich muß noch bestimmt werden, welchen Einfluß jene Stoffe, die in die wässrige Lösung, welche zur refraktometrischen Bestimmung verwendet wird, mit übergehen, auf den Brechungsindex ausüben. Diese Bemerkung gilt besonders für das Theophyllin. Wir konnten jedoch wegen Zeitmangels darauf hinzielende Versuche noch nicht ausführen, doch beabsichtigen wir dies demnächst nachzuholen.

Die Methode von Keller beruht darauf, daß der Thee direkt mit Chloroform unter Zusatz von Ammoniak extrahiert wird. Es wird dann ein bestimmtes Volumen des Chloroformextraktes eingedampft, der trockene chloroformfreie Rückstand mittels einer geringen Menge Alkohol und Wasser aufgenommen, die Lösung filtriert, das Filtrat wieder eingedampft, getrocknet und gewogen. Auch das nach diesem Verfahren erhaltene Koffein ist selten rein weiß; sondern gewöhnlich schwach gelbgrün gefärbt; ein Beweis, daß auch in diesem Falle eine geringe Menge fremder Stoffe (Chlorophyll usw.) mit in Lösung ging. Nach dieser Methode können Fehler insofern entstehen, als es nicht gleichgültig ist, wie das Koffein getrocknet wird,

¹⁾ Diese Zeitschrift 1901, 4, 289.

welcher Nachteil übrigens auch die Methode von Hilger und Juckenack betrifft. Welche Größe die Fehler erreichen können, ist aus den von uns ausgeführten Versuchen ersichtlich, ebenso auch, warum es sich empfiehlt, das Koffein in einem Wassertrockenschranke zu trocknen, da in diesem Falle die durch Sublimation hervorgerufenen Fehler binnen 4 Stunden ausgeschlossen sind. Auch die nach der Methode von Keller erzielten Ergebnisse stimmten nicht vollständig mit den refraktometrisch gefundenen überein, doch waren die Differenzen kleiner als bei der Methode von Hilger und Juckenack angeführten.

Soweit sich aus unseren Versuchen schließen läßt, gibt es bis jetzt keine vollkommen genaue Methode, nach welcher das Koffein bestimmt werden könnte. Die meisten liefern ein verunreinigtes Koffein, doch läßt sich dasselbe nach der refraktometrischen Methode auf seine Reinheit prüfen. Das Eintauchrefraktometer ist ein geeignetes Hilfsmittel zu diesem Zwecke. Es genügt, das in jedem Falle erhaltene Koffein, welches vom organischen Lösungsmittel (Chloroform, Alkohol usw.) vollkommen befreit ist, in den 100 ccm fassenden Meßkolben zu spülen, die Lösung bei 17,5° C zur Marke aufzufüllen und bei derselben Temperatur refraktometrisch zu untersuchen.

Wir beabsichtigten weiter ähnliche Bestimmungen der Refraktionswerte wässriger Lösungen von Theobromin auszuführen, mußten jedoch wegen seiner geringen Löslichkeit dieselben aufgeben.

Für die freundliche Hilfe bei den refraktometrischen Beobachtungen erstatten wir Herrn Rudolf Hac unseren verbindlichsten Dank.

Zusammenstellung der Ergebnisse.

Der Gehalt wässriger Lösungen von Koffein läßt sich mittels des Eintauchrefraktometers leicht und schnell bestimmen, da der Refraktionswert der prozentualen Menge direkt proportional ist. Diese Bedingung ist (für das Volumen 100 ccm) innerhalb des Löslichkeitsbereiches des Koffeins ausgedrückt durch die Formel

$$x = \frac{y - 15}{5}$$

wo y der abgelesene Refraktionswert, x die prozentuale Menge an Koffein bedeutet. Bei der refraktometrischen Messung muß die Temperatur (in unserem Falle 17,5° C) streng eingehalten werden und dies nicht nur im Wasserbade, sondern auch — worauf besonders zu achten ist — in den Lösungen während der Beobachtung. Auch die Temperatur der Luft soll in dem Beobachtungsraume nahe der Beobachtungstemperatur, bei welcher man arbeitet, liegen. Da sich durch Wärmeleitung die Temperatur der Lösung von oben nach unten ändert, empfiehlt es sich die Lösung zeitweise zu mischen. Zu diesem Zwecke schlagen wir ein besonders eingerichtetes Becherglas mit Thermometer vor.

Durch Trocknen des Koffeins in Trockenschränken können bedeutende Verluste durch Sublimation desselben entstehen, je nach der Art und Weise sowie der Temperatur, bei welcher man trocknet. Man kann deshalb bei allen Methoden, die zur Bestimmung des Koffeins empfohlen worden sind, anstatt des Wägens des Koffeins oder der Bestimmung des Stickstoffes immer mit Vorteil das Eintauchrefraktometer benutzen und aus seiner Angabe die Koffeinmenge berechnen.

Tabelle zur Bestimmung des prozentualen Gehaltes (g in 100 cem) wässeriger Koffein-Lösungen mittels des Zeiß'schen Eintauch-Refraktometers bei 17,5° C. (Destilliertes Wasser zeigt bei 17,5° C den Skalenteil 15° an.)

Skalenteile des Refraktometers	Koffein g in 100 cem	Skalenteile des Refraktometers	Koffein g in 100 cem	Skalenteile des Refraktometers	Koffein g in 100 cem
15,0	0	16,7	0,340	18,4	0,680
15,1	0,020	16,8	0,360	18,5	0,700
15,2	0,040	16,9	0,380	18,6	0,720
15,3	0,060	17,0	0,400	18,7	0,740
15,4	0,080	17,1	0,420	18,8	0,760
15,5	0,100	17,2	0,440	18,9	0,780
15,6	0,120	17,3	0,460	19,0	0,800
15,7	0,140	17,4	0,480	19,1	0,820
15,8	0,160	17,5	0,500	19,2	0,840
15,9	0,180	17,6	0,520	19,3	0,860
16,0	0,200	17,7	0,540	19,4	0,880
16,1	0,220	17,8	0,560	19,5	0,900
16,2	0,240	17,9	0,580	19,6	0,920
16,3	0,260	18,0	0,600	19,7	0,940
16,4	0,280	18,1	0,620	19,8	0,960
16,5	0,300	18,2	0,640	19,9	0,980
16,6	0,320	18,3	0,660	20,0	1,000

Zur Bestimmung der Schwefligen Säure im Fleisch.

Von

Curt Mentzel.

Mitteilung aus dem staatlichen Hygienischen Institut zu Hamburg.

Bekanntlich wird zur Bestimmung der Schwefligen Säure im Fleisch diese in einem mit Kohlendioxyd gefüllten Destillationsapparat nach Zusatz von Phosphorsäure im Kohlensäurestrom überdestilliert, durch Jodlösung zu Schwefelsäure oxydiert und als Baryumsulfat zur Wägung gebracht. Ich will im folgenden dieses Verfahren kurzweg als Destillationsmethode bezeichnen.

Die Destillation wurde folgendermaßen ausgeführt: Zunächst wurde, um die Substanz vor einer Oxydation durch den Sauerstoff der Luft zu schützen, der in allen seinen Teilen gebrauchsfähig zusammengesetzte Destillationsapparat mit Kohlensäure gefüllt, dann wurden 50 g Substanz mit etwas Natriumkarbonatlösung und etwa 350 cem durch Aufkochen von Luft befreitem Wasser vermischt, in den mit Kohlensäure gefüllten Destillationskolben des Apparates gebracht und zur Verdrängung der während des Öffnens in den Apparat eingedrungenen Luft nochmals Kohlensäure hindurchgeleitet. Nach Zusatz von etwa 15 cem Phosphorsäure wurden etwa 200 cem Flüssig-