

Ueber die quantitative Bestimmung des Koffeins.

Von Dr. J. Katz in Dresden-Reudnitz (Autoreferat).

Von den bisher bekannten Koffeinbestimmungsverfahren wurden diejenigen von Keller, Dieterich und Beitter bei rohem Kaffee, Guaranapaste und Kolanüssen bis zu einem gewissen Grade als brauchbar befunden, während dieselben bei gebranntem Kaffee, gebrannten Kolanüssen und Paraguaythee nicht anwendbar sind. Da diese Verfahren aber noch einige Uebelstände aufweisen, wurde das Beitter'sche als das brauchbarste der drei Verfahren in folgender Weise abgeändert:

100 g der Droge werden mit 200 g Chloroform und 5 g Ammoniak eine halbe Stunde geschüttelt. Nach dem Absetzen der Flüssigkeit wird die Chloroformlösung durch ein Sander'sches Cigarettenfilter filtrirt, wobei mit Leichtigkeit 150,0 g eines völlig blanken und wasserfreien Filtrates erhalten werden. Das Filtrat wird durch Destillation vom Chloroform völlig befreit, der Rückstand in 5 ccm Aether gelöst (nöthigenfalls durch kürzeres Erwärmen am Rückflusskühler), 20 ccm 0,5 %ige Salzsäure und bei Kaffeebohnen etwa 0,5 g festes Paraffin zugefügt, der Aether verdunstet und die wässrige Flüssigkeit nach dem Erkalten filtrirt. Kölbchen und Filter werden noch einigemal mit kleinen Mengen 0,5 %iger Salzsäure nachgewaschen und das saure wässrige Filtrat entweder im Perforator zwei Stunden lang mit Chloroform erschöpft; oder aber viermal im Scheidetrichter mit je 200 ccm Chloroform ausgeschüttelt. Die Chloroformlösungen werden nöthigenfalls filtrirt und dann abdestillirt.

Die mit diesem Verfahren erhaltenen Ergebnisse werden für rohe Kaffeebohnen, schwarzen Thee, Guaranapaste und Kolanüsse mitgetheilt.

Bei dem Paraguaythee versagt aber auch dieses Verfahren insofern, als das Koffein nicht genügend rein erhalten werden kann; während die übrigen Verfahren beim Paraguaythee ganz unbrauchbar sind. Es wurde daher für Paraguaythee folgendes besondere Verfahren ausgearbeitet: Die Droge wird, wie oben beschrieben, mit Chloroform und Ammoniak behandelt, der Rückstand der Chloroformlösung in Aether gelöst, der Aether nach Zugabe von 20 ccm Wasser weggekocht und die wässrige Flüssigkeit mit 2 ccm einer Aufschüttelung von Bleihydroxyd in Wasser (1:20) und bei Kaffeebohnen etwa 0,5 g festem Paraffin 10 Minuten auf dem Wasserbade erwärmt. Darauf giebt man einige Decigramme gebrannte Magnesia hinzu und filtrirt nach dem Erkalten. Das völlig klare, nur ganz schwach gefärbte Filtrat wird darauf im Perforator mit Chloroform erschöpft.

Das reinste Koffein erhält man, wenn man die nach Beitter's Verfahren erhaltene rohe, wässrige Koffeinelösung mit Ammoniak versetzt, mit Chloroform erschöpft und das erhaltene Koffein nach dem Trocknen nochmals in 0,5 %iger Salzsäure löst und zum zweitenmale mit Chloroform extrahirt. Es wurden Beleganalysen für die Exaktheit der besprochenen Verfahren, sowie dabei erhaltene Koffeine vorgelegt.

Versammlungen, Tagesneuigkeiten etc.

Die 27. Versammlung des Deutschen Vereines für öffentliche Gesundheitspflege fand in den Tagen vom 17—19. September 1902 unter dem Vorsitze von Prof. Dr. Fränkel-Halle a. S. und in Anwesenheit von etwa 600 Mitgliedern im Bayerischen Hof zu München statt.

1. Sitzung, Mittwoch den 17. September. Geh. Hofrath Prof. Dr. A. Gärtner-Jena und als Korreferent Wasserbauinspektor Schümann-Berlin besprachen „Die hygienische Ueberwachung der Wasserläufe“. Der zunehmenden Verunreinigung der Flüsse durch die Industrie u. s. w. sei durch entsprechende Maassregeln entgegenzuwirken. Da das Arbeitsgebiet für eine einzelne Behörde zu gross ist, empfehle sich die Bildung von Kommissionen zur Ueberwachung der einzelnen Flüsse. Es wird ein solcher Reinheitsgrad der öffentlichen und privaten Wasserläufe verlangt, dass ihr Wasser, wenn auch nicht im Allgemeinen als Trinkwasser, so doch für den Hausgebrauch, zum Baden, für die Zwecke der Industrie, der Landwirthschaft und der Fischzucht verwendbar ist.

Dr. K. Grassmann-München referirte über das Thema: Der Einfluss der Kurpfuscher auf Gesundheit und Leben der Bevölkerung und forderte die Mithilfe des Staates und der Gemeinden gegen das Vordringen des Kurpfuscherthumes.

2. Sitzung, Donnerstag den 18. September. Regierungs- und Geh. Medicinalrath Dr. E. Roth-Potsdam sprach über Wechselbeziehungen zwischen Stadt und Land in gesundheitlicher Beziehung. Durch die mangelhaften hygienischen Verhältnisse des platten Landes sind die Städte gesundheitlich gefährdet. Es ist daher in erster Linie eine Verbesserung dieser Verhältnisse auf dem Lande anzustreben, insbesondere auch durch Anstüfung einer ständigen Lebensmittelüberwachung, gesundheitliche Kontrolle der mit der Gewinnung der Milch beschäftigten Personen, der Molkereien, des Obsthändels, der Wasserentnahmestellen u. s. w.

Prof. Dr. R. Emmerich-München besprach Das Bäckergewerbe vom hygienischen Standpunkte für den Beruf und die Konsumenten. Er schilderte die Arbeitsweise in den Bäckereien, die in der Hauptsache heute noch die gleiche ist, wie vor 200 Jahren und in den meisten Fällen in Bezug auf Reinlichkeit u. s. w. alles zu wünschen übrig lasse. An zahlreichen Beispielen wird die ekelregende und gesundheitsgefährliche Thätigkeit des massenhaft vorhandenen Ungeziefers gezeigt und als Mittel zur Abhilfe der bestehenden unhaltbaren Zustände die Errichtung von Centralbäckereien nach Art der Schlachthäuser, Verbot des Zwischenhandels mit Brot, Verbot der Nacht- und Sonntagsarbeit u. s. w. empfohlen.

3. Sitzung, Freitag, den 19. September. Oberbürgermeister Dr. Ebeling-Dessau erstattete Bericht über die von den Städten eingegangenen Fragebogen betreffend die Fürsorge für bestehende und die Beschaffung neuer kleiner Wohnungen. Die Fragebogen waren von 254 deutschen Städten beantwortet und vom Vortragenden eingehend bearbeitet worden.

Regierungs- und Medicinalrath Dr. Abel-Berlin und Baupolizeidirektor H. Olshausen-Hamburg sprachen über Feuchte Wohnungen, Ursache, Einfluss auf die Gesundheit und Mittel zur Abhilfe.
C. Mai.

Jahresversammlung des Vereins Schweizerischer analytischer Chemiker in Lausanne. Die diesjährige Jahresversammlung des Vereins Schweizerischer analytischer Chemiker fand am 26. und 27. September d. J. in Lausanne statt. Von den Mitgliedern waren ungefähr 40 erschienen, ausserdem nahmen an den Sitzungen theil Vertreter des Kantons Waadt und der Stadt Lausanne. Die Freie Vereinigung Deutscher Nahrungsmittelchemiker hatte zur Theilnahme an den Verhandlungen Herrn Professor Dr. Mayrhofer-Mainz abgeordnet.

In der ersten Sitzung, die im Grossrathssaale stattfand, erstattete der Präsident des Vereins Dr. Bertschinger-Zürich den Jahresbericht; er erinnert dabei an den schmerzlichen Verlust, den die Vereinsmitglieder durch das allzufrühe Hinscheiden ihres verehrten Kollegen und treuen Freundes Dr. Eduard Lang, Chemiker des schweizerischen Alkoholamtes, erlitten haben und gedenkt des Verstorbenen mit warmen Worten. — Die vor einiger Zeit an die Hand genommene Revision des schweizerischen Lebensmittelbuches (wissenschaftliche Ausgabe) musste im verlaufenen Jahre liegen bleiben und wird erst nach Inkrafttreten des eidgenössischen Lebensmittelgesetzes weitergeführt werden können.

In der Ostschweiz bilden die Tiroler Weine einen wichtigen Handelsartikel; die Grundlagen zur Beurtheilung solcher Weine sind sehr mangelhaft. Der Verein ertheilt daher auf Antrag von Kantons-Chemiker Schmid-Frauenfeld einer Kommission den Auftrag, Erhebungen über die Weinproduktionsverhältnisse in Tirol und über die Beschaffenheit der Weine, die aus diesem Gebiet in die Schweiz eingeführt werden, zu machen. — Eine andere Kommission wird mit der Ausarbeitung von Anträgen zu Vereinbarungen über Harnanalyse betraut.

Dem Vereine sind in den letzten Jahren eine grössere Zahl von Agrikulturchemikern beigetreten. Auf gestelltes Gesuch hin wird beschlossen, den Agrikulturchemikern jeweilen am zweiten Versammlungstage, während die übrigen Vereinsmitglieder sich vorzugsweise mit Nahrungsmittelchemie beschäftigen, Raum und Zeit zu gesonderten Verhandlungen zu geben.

Dr. Kreis-Basel berichtet über die Schweizerische Weinstatistik. Die Veröffentlichung der Ergebnisse der diesjährigen Untersuchungen im Schweizerischen landwirthschaftlichen Jahrbuch steht unmittelbar bevor. Sie wird 800 Analysen von Weinen aus allen weinbautreibenden Gegenden der Schweiz umfassen. Diese grosse Arbeit des Vereins findet mehr und mehr Anerkennung und weist auch schon praktischen Nutzen auf. Da nun auch durch genügende Unterstützung seitens des Bundesrathes die finanzielle Seite des Unternehmens geregelt ist, beschliesst der Verein mit grosser Mehrheit die Weinstatistik auch im kommenden Jahre fortzusetzen.

Dr. Ackermann-Genf spricht über Extraktbestimmungen im Wein mit Berücksichtigung der Ergebnisse der Weinstatistik. Er ist der Ansicht, dass der genau nach der Vorschrift des schweizerischen Lebensmittelbuches hergestellte Extrakt mit dem berechneten (Differenz zwischen specifischem Gewicht des Weines und des alkoholischen Destillates, multiplicirt mit 2,4) annähernd übereinstimmen sollte und hat daraufhin die Ergebnisse der Weinstatistik geprüft. Die Uebereinstimmung ist nicht überall vorhanden und der Referent sucht die Gründe davon ausser in der ungenauen Bestimmung des specifischen Gewichtes des Weines darin, dass der Trockenschrank nicht mit destillirtem Wasser gefüllt und die Trockenzeit für den Extrakt nicht genau genug innegehalten wird. Referent bringt zum Schluss ein neues Verfahren der Extraktbestimmung im Wein in Vorschlag, das den Vortheil der Zeit- und Geldersparniss besitzt. Nach demselben wären 10 ccm Wein in $\frac{1}{5}$ normaler Weinschale zu trocknen. Eindampfen und Trocknen würden dann in 1 Stunde 20 Minuten beendigt sein. Belege dafür, dass nach diesem Verfahren gut stimmende Ergebnisse erhalten werden, hat der Referent beigebracht.

Kantons-Chemiker Conne berichtet über die Frage: „Wann ist ein Getränk als alkoholfrei zu betrachten?“. Der Verein beschliesst, dass für die Beurtheilung der Ersatzmittel für alkoholische Getränke folgende Normen gelten sollen:

Ein Getränk ist im praktischen Sinne als alkoholfrei anzusehen, wenn das specifische Gewicht des Destillates nicht niedriger als 0,9992 ist. Die Untersuchung geschieht wie die Alkoholbestimmung im Weine. Wenn genügend Material zur Verfügung steht, so wird die Destillation zur Verschärfung der Bestimmung wie folgt angewendet: Von 150 ccm Getränk werden genau 50 ccm abdestillirt und das specifische Gewicht dieser Fraktion bestimmt. In diesem Falle ist als unterste Grenze für das specifische Gewicht die Zahl 0,9963 anzunehmen.

Im Chemie-Hörsaal der Universität hält zum Schlusse der Sitzung Professor Dr. Brunner-Lausanne den angekündigten Vortrag: „Ueber die Isosalicylsäure“. Der Vortragende schildert in gediegenem Vortrage die Geschichte seiner bedeutenden Entdeckung der Isosalicylsäure. Mit überzeugender Sicherheit beweist er, dass wir es hier thatsächlich mit einem Isomeren der Salicylsäure zu thun haben und geht zum Schlusse auf die Begründung der von ihm für die neue Verbindung vorgeschlagenen Konstitutionsformel über.

In der zweiten Sitzung werden zuerst geschäftliche Gegenstände erledigt. In den Vorstand werden gewählt die Herren Dr. Bertschinger-Zürich als Präsident, Prof. Chuard-Lausanne als Quästor, Prof. Meister-Schaffhausen als Aktuar. Als nächster

Versammlungsort wird Schaffhausen bestimmt. Es folgen sodann kleinere Mittheilungen aus der Laboratoriumspraxis:

Prof. Schaffer-Bern spricht über die Untersuchung von Phosphoresquisulfid. Nach Inkrafttreten des Verbotes der Verwendung des gelben Phosphors in der Schweiz wurde vom Bundesrath für die Streichhölzchen eine Zündmasse als zulässig erklärt, deren Hauptbestandtheile Phosphoresquisulfid und Kaliumchlorat sind. Die Untersuchung des Phosphoresquisulfides hat sich nach Ansicht des Referenten auf folgende Punkte zu erstrecken: 1. Mikroskopische Untersuchung (Feststellung der Anwesenheit von rothem Phosphor, freiem Schwefel und Sand). 2. Bestimmung des Gehaltes an P_4S_3 . 0,3 g werden in Schwefelkohlenstoff gelöst; die Lösung wird centrifugirt und nachher 10 ccm derselben abpipettirt und eingedampft; der Rückstand wird oxydirt und gelöst und die Phosphorsäure darin mit Magnesiainmixtur gefällt, gewogen und in Phosphoresquisulfid umgerechnet. 3. Bestimmung des Säuregrades. 1 g Substanz wird mit Wasser angerührt und die wässerige Lösung mit $\frac{1}{10}$ N-Lauge titrirt. 4. Nachweis von gelbem Phosphor. 10 g Substanz werden mit 100 ccm Wasser im Dunkeln abdestillirt. Ein kurzes Aufleuchten ist immer bemerkbar.

Dr. Kreis-Basel spricht über neue Farbreaktionen der fetten Oele. Referent hat die Bellier'sche Reaktion näher studirt und sieht sie besonders deswegen als werthvoll an, weil sie die einzige Farbreaktion ist, die auf die Anwesenheit von Erdnussöl in Olivenöl hinweist. Ihre Ergebnisse sind leider nicht immer sichere, da beispielsweise belichtete Oele diese Reaktion nicht mehr geben. Die Konstanten des Erdnussöles sind in der Litteratur vielfach falsch und besonders die Jodzahlen zu hoch angegeben.

Referent beweist an mehreren Beispielen, dass Olivenöl bis zu 35 % Erdnussöl enthalten kann, das zwar durch das Bellier'sche Reagens, nicht aber durch die Jodzahl, die Refraktionszahl und das specifische Gewicht erkannt werden kann. Ersetzt man bei dem Bellier'schen Reagens das Resorcin durch Phloroglucin, wobei als Lösungsmittel Aether anzuwenden ist, so treten beim Schütteln mit Salpetersäure und Samenöl ebenfalls starke Farbreaktionen ein.

Dr. Holzmann-Zürich macht Mittheilungen über das Vorkommen von Fluor im Wein. Referent hat eine grosse Zahl von Süssweinen und gewöhnlichen Weinen auf Fluor geprüft und zwar nach dem Aetz-Verfahren und dabei festgestellt, dass fast alle Süssweine, aber auch viele gewöhnliche Weine eine Fluor-Reaktion geben.

Prof. Schaffer-Bern hat quantitative Bestimmungen von Fluor in Weinen gemacht und ist dabei zu der Ansicht gekommen, dass wir gegenwärtig für diese Bestimmungen keine zuverlässigen Verfahren haben. Der Verein bestellt daher auf Antrag des Referenten eine Kommission, welche Erfahrungen über die Bestimmung und das Vorkommen von Fluor im Weine sammeln soll.

Dr. Steinmann-Genf spricht über die Methoden von Zipperer zur Zuckerbestimmung in Chokoladen. Er stellt fest, dass die Methode keine richtigen Ergebnisse liefern kann, weil die Volumenzunahme, die bei der Lösung von Chokolade in Wasser stattfindet nicht richtig in die Rechnung gezogen wird. Referent hat das Verfahren von Zipperer abgeändert und erhält nach seinem Verfahren genaue Ergebnisse. G. Nussberger.

Wien. Die K. K. physiologische Versuchsstation für Wein- und Obstbau in Klosterneuburg wurde aufgelöst und mit der K. K. landwirthschaftlich-chemischen Versuchsstation in Wien vereinigt. C. Mai.