Bemerkungen zum Entwurf des neuen Schweizerischen Lebensmittelbuches in Bezug auf Bestimmungsmethoden für Koffein und wässerigen Extrakt in koffeinfreiem und koffeinhaltigem Kaffee

Autor(en): **Bürgin, E. / Streuli, M.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **27 (1936)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **24.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983286

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

MITTEILUNGEN
AUS DEM GEBIETE DER
LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE
VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN
TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE
PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE A BERNE

ABONNEMENT:
Schweiz Fr. 10.—; für Mitglieder des Schweiz. Vereins analytischer Chemiker Fr. 5.— per Jahrgang
Suisse fr. 10.—; pour les membres de la Société suisse des Chimistes analystes fr. 5.— par année
Preis einzelner Hefte Fr. 1. 80. — Prix des fascicules fr. 1. 80.

BAND XXVII 1936 HEFT 1/2

Bemerkungen zum Entwurf des neuen schweizerischen Lebensmittelbuches in bezug auf Bestimmungsmethoden für Koffein und wässerigen Extrakt in koffeinfreiem und koffeinhaltigem Kaffee.

Von Dr. E. BÜRGIN und Dr. M. STREULI in Schaffhausen
(Laboratorium der COFFEX AG. Schaffhausen).

A. Bestimmung des Koffeingehaltes in koffeinfreiem Kaffee.

Die folgenden Untersuchungen haben den Zweck, die im Entwurf zum neuen Schweizerischen Lebensmittelbuch aufgenommene Methode von Dr. *E. Helberg* zur Bestimmung des Koffeingehaltes in Kaffee mit anderen bekannten Koffeinbestimmungsmethoden zu überprüfen. Die Ausführungsbestimmungen dieser Methode, sowie die damit verglichenen bekannten Methoden und Arbeiten auf diesem Gebiete von Dr. *J. Pritzker* und *Rob. Jungkunz, H. Jesser* und von *J. Grossfeld* und *G. Steinhoff* seien des besseren Verständnisses wegen hier kurz angeführt:

1. Dr. *E. Helberg* (Mitt. **24**, 54, 1933):

20 g Kaffeepulver werden in einem tarierten Erlenmeyer Literkolben mit 400 cm³ Wasser zum Sieden erhitzt und 10 Minuten am Rückflusskühler gekocht. Nach Erkalten bringt man den Kolbeninhalt auf 420 g. Man filtriert und 300 cm³ des Filtrates werden bis auf 10 g eingedampft. Diesen Rückstand verreibt man mit 10 g einer Mischung von 98 g Kalziumkarbonat und 2 g Kalziumhydroxyd. Zur braunen Pasta fügt man 70 g Quarzsand und verreibt bis zu einem gleichmässigen feuchten Pulver. Dieses wird in einer Flasche mit 150 cm³ Chloroform kräftig geschüttelt und die klare hellgelbe Chloroformlösung des Koffeins abgegossen. 120 cm³ werden portionenweise in einem 100 cm³ fassenden Kjeldahlkolben abdestilliert. Mit dem Rückstand

wird die Stickstoffbestimmung nach *Kjeldahl* ausgeführt und so das Koffein bestimmt.

2. Dr. *J. Pritzker* und *Rob. Jungkunz* (Z. U. L. 1926, **51**, 100) zeigen als Abänderung der Methode *Fendler* und *Stüber* (Z. U. L. 1914, **28**, 9) folgende Methode:

10 g Kaffeepulver werden mit 10 cm³ 10%igem Ammoniak und 50 cm³ Chloroform während einer Stunde am Rückflusskühler gekocht, dann abgesaugt, mit Chloroform nachgewaschen und das Chloroform abdestilliert. Der Rückstand wird mit 80 cm³ heissem Wasser übergossen; man digeriert 10 Minuten auf dem Wasserbad und kühlt ab. Zu dieser Flüssigkeit gibt man bei geröstetem Kaffee 20 und bei Rohkaffee 10 cm³ 1%ige Kaliumpermanganatlösung und lässt eine Viertelstunde bei Zimmertemperatur stehen. Man bringt nun das Mangan durch Zusatz von etwa 3%iger Wasserstoffsuperoxydlösung, welche in 100 cm³ 1 cm³ Eisessig enthält, zur Abscheidung, lässt eine Viertelstunde stehen, filtriert, und das klare Filtrat wird mit Chloroform ausgeschüttelt, das Chloroform abdestilliert und der Rückstand als Koffein gewogen.

3. *H. Jesser* (Chem. Zeit. 1932, **56**, 842) zieht das Koffein mit Tetra-Chlorkohlenstoff in einem Besson'schen Extraktionsapparat aus. Er schreibt dazu wörtlich: «Der Verdunstungsrückstand muss nun vollständig von Tetra befreit werden, dann wird mit etwa 75 cm³ Wasser kurz aufgekocht und die Lösung nach dem Erkalten mit 10 cm³ 2%iger Kaliumpermanganatlösung versetzt, eine Viertelstunde stehen gelassen, hierauf fügt man 7 cm³ 20%ige Cu SO_4 Lösung zu, sowie 7 cm³ 10%ige Natriumthiosulfatlösung und 5 cm³ n-Natronlauge, schüttelt um und filtriert unter Nachwaschen des Niederschlages in einen 200-cm³-Messkolben. In je 100 cm³ des Filtrates wurde das Koffein bestimmt, und zwar: Versuch I a) durch quantitatives Ausschütteln mit Chloroform: 1,4%; Versuch I b) durch direktes Kjeldahlisieren: 1,35%. Der Versuch wurde mit einem andern Kaffeepulver wiederholt, und zwar wurde der heisse wässerige Auszug des Rückstandes, des Tetra-Auszuges nicht mit Kaliumpermanganat gereinigt, hierbei wurde gefunden: Versuch II 1,46% Koffein, während man nach der Reinigungsmethode nur 1,3% Koffein erhielt. Man sieht also, dass die Reinigung unbedingt notwendig ist, da man ohne sie beim Kjeldahlisieren sonst noch andere stickstoffhaltige Stoffe als Koffein bestimmen würde. Dieser Bohnenkaffee hatte übrigens 23,6% Extrakt. Dass man durch Ausschüttelung durch Chloroform einerseits und Kjeldahlisieren anderseits dieselben Werte erzielt, zeigen folgende beiden Versuche: Versuch III: Koffeinlösung 0,15/100 cm³ a) durch Ausschütteln: 0,145 g, b) durch Kjeldahlisieren 0,148 g Koffein wiedergefunden, und Koffeinlösung 0,15/100 cm³ wurde zuvor mit Permanganat behandelt und dann ausgeschüttelt. Versuch IV a) bzw. Kjeldahlisieren b); gefunden wurden wieder a) 0,145 g, b) 0,146 g. Aus letzterem Versuch kann insbesondere ersehen werden, dass durch die Reinigungs-

chemikalien keine stickstoffhaltigen Stoffe in den Untersuchungsgang hineingelangen.»

4. *J. Grossfeld* und *G. Steinhoff* (Z. U. L. 1931, **61**, 38) geben bekannt: «Bei der Oxydation der Begleitstoffe des Koffeins durch Kaliumpermanganat auch in konzentrierterer Lösung als nach *Lendrich-Nottbohm* wurden Koffeinverluste nicht beobachtet».

Wir haben im hiesigen Laboratorium die Koffeinbestimmungen nach der Methode von *Pritzker* und *Jungkunz* durchgeführt mit der kleinen Modifikation, dass wir das am Schlusse erhaltene Koffein nicht durch Wägen, sondern durch Kjeldahlisieren bestimmt haben, wodurch genauere Resultate erhalten werden. Wir haben verschiedene Koffeinbestimmungen von koffeinfreiem Kaffee nach der Methode von *Helberg* so, wie sie im neuen Schweizerischen Lebensmittelbuch angegeben ist, durchgeführt und beobachtet, dass der Koffeingehalt beinahe doppelt so hoch ist wie nach der Methode von *Pritzker* und *Jungkunz*. Nach verschiedenen Versuchen sind wir zur Ueberzeugung gelangt, dass durch das Kjeldahlisieren des Rückstandes der Chloroformlösung noch andere stickstoffhaltige Substanzen mitbestimmt werden und nicht allein das Koffein. Nach diesen Feststellungen haben wir mehrere Koffeinbestimmungen mit verschiedenen koffeinfreien Kaffees gemacht, und zwar nach folgenden drei Methoden:

I. Nach der Methode von *Helberg*, in dem neuen Schweizerischen Lebensmittelbuch.

II. Nach Methode von *Pritzker* und *Jungkunz*, mit der kleinen Modifikation, dass wir das gereinigte Koffein durch Kjeldahlisieren bestimmten, und

III. Nach der Methode von *Helberg* mit der Abänderung, dass wir die 120 cm^3 Chloroform des Auszuges zuerst abdestillierten und wie *Pritzker* und *Jungkunz* mit Wasser aufnahmen und mit Kaliumpermanganat reinigten. Die Resultate sind sehr deutlich: Nach den beiden Methoden, in denen das Reinigungsverfahren durchgeführt wurde, waren sie stets übereinstimmend. Diejenigen, die wir nach Methode *Helberg* erhielten, gaben nach dem Kjeldahlisieren stets ungefähr den doppelten Koffeingehalt. In nachstehender Tabelle sind die Ergebnisse unserer Koffeinbestimmungen von geröstetem, koffeinfreiem Kaffee zusammengestellt:

I. Methode *Helberg*, Schweizerisches Lebensmittelbuch.
II. Methode Dr. *Pritzker* und *Jungkunz*.
III. Methode *Helberg* mit Aenderung: Reinigung mit Permanganat.

Versuch	I % Koffein	II % Koffein	III % Koffein
1	0,103	0,042	0,042
2	0,082	0,040	0,042
3	0,096	0,056	0,050
4	0,116	0,061	0,066
5	0,094	0,032	0,034
6	0,082	0,040	0,039
7	0,157	0,093	0,084

Um nachzuweisen, dass die zur Reinigung gebrauchten Substanzen weder Stickstoff führen, noch Koffein absorbieren oder zerstören, haben wir folgende zwei Versuche durchgeführt:

10 cm^3 einer wässerigen Koffeinlauge 0,112/100 wurde mit Chloroform ausgeschüttelt und das Chloroform abdestilliert und der Rückstand kjeldahlisiert. Wir fanden 0,011 g Koffein. 10 cm^3 derselben Lauge wurden ebenfalls mit Chloroform ausgeschüttelt, das Chloroform abdestilliert, der Rückstand mit Wasser aufgekocht und mit Kaliumpermanganat usw. versetzt. Nach dem Kjeldahlisieren fanden wir 0,0105 g Koffein, also ein Beweis, dass die Reinigung auf das Koffein keinen Einfluss hat.

Aus diesen Ausführungen sieht man, dass die Rückstände der Chloroformauszüge unbedingt gereinigt werden müssen. Unterbleibt die Reinigung, so werden bei der Stickstoffbestimmung nach *Kjeldahl* noch andere stickstoffhaltige Substanzen ausser Koffein miterfasst, die Koffeinbestimmung ist unrichtig, die Werte sind viel zu hoch. Im weitern ist ersichtlich, dass wenn bei der Methode *Helberg* der Chloroformauszug vor dem Kjeldahlisieren zuerst gereinigt wird, das Resultat demjenigen nach der Methode von *Pritzker* und *Jungkunz* gleichkommt. Es ist deshalb von kleiner Bedeutung, welche der beiden letztgenannten Methoden einzuhalten sei. Wir geben der Methode *Pritzker* und *Jungkunz*, als der einfacheren und rascheren Methode den Vorzug. Soll jedoch im Schweizerischen Lebensmittelbuch die bereits dort angeführte Methode *Helberg* zur Koffeinbestimmung vorgeschrieben werden, so muss sie unbedingt folgendermassen abgeändert werden:

Nach dem Ausschütteln des «feuchten Pulvers» mit 150 cm^3 Chloroform wird von 120 cm^3 Lösung das Chloroform abdestilliert, der Rückstand mit 80 cm^3 heissem Wasser übergossen; man digeriert unter öfterem Umschwenken 10 Minuten auf dem siedenden Wasserbade und kühlt ab. Zu dieser Flüssigkeit gibt man 1%ige Kaliumpermanganatlösung bis zur bleibenden Rotfärbung und lässt eine Viertelstunde bei Zimmertemperatur stehen. Man bringt nun das Mangan durch Zusatz von etwa 3%iger Wasserstoffsuperoxydlösung, welche in 100 cm^3 1 cm^3 Eisessig enthält, zur Abscheidung. Nachher wird filtriert und das Filtrat mit Chloroform ausgeschüttelt, das Chloroform abdestilliert und der Rückstand kjeldahlisiert. Erst mit dieser Modifikation wird die Methode *Helberg* genau und brauchbar, wird aber bedeutend komplizierter und länger als die zum gleichen Ziele führende Methode *Pritzker* und *Jungkunz*.

Zur Bekräftigung unserer Forderung haben wir noch 2 Versuche gemacht mit ungeröstetem, koffeinfreiem Kaffee; a) nach der Methode *Pritzker* und *Jungkunz* mit der Aenderung, dass wir 3 Chloroformauszüge machten und b) nach der Methode von *Helberg*. Die Chloroformauszüge zusammen waren weit heller als ein Chloroformauszug aus geröstetem Kaffee; es finden sich ausser dem Koffein also auch weniger andere Substanzen gelöst. Die Reinigung des mit Wasser aufgenommenen Rückstandes erfordert in-

folgedessen auch nur die Hälfte Permanganat wie von *Pritzker* und *Jungkunz* angegeben wird. Der Chloroformauszug des «feuchten Pulvers» nach *Helberg* war farblos und liess vermuten, dass ausser dem Koffein wenig andere Substanzen gelöst seien. Denselben Kaffee haben wir geröstet und nach Methode *Helberg* das Koffein bestimmt.

Der ungeröstete Kaffee nach *Pritzker* und *Jungkunz*	ergab 0,044% Koffein
Der ungeröstete Kaffee nach *Helberg*	ergab 0,042% Koffein
Der geröstete Kaffee nach *Helberg*	ergab 0,081% Koffein

Wenn bei der Methode *Helberg* bei ungeröstetem Kaffee die Reinigung mit Kaliumpermanganat weggelassen werden kann, so ist gerade hier deutlich bewiesen, dass sie bei geröstetem Kaffee unbedingt notwendig ist.

B. Bestimmung des Koffeingehaltes in koffeinhaltigem Kaffee.

Aus dem Vorgehenden war ersichtlich, dass die im Lebensmittelbuch vorgeschriebene Methode von *Helberg* für die Koffeinbestimmung in koffeinfreiem Kaffee unrichtige Resultate ergibt. Es war nun weiter zu prüfen, ob die Methode von *Helberg* bei der Bestimmung des Koffeins in koffeinhaltigem Kaffee zu richtigen Ergebnissen führt.

Die Vermutung lag nahe, dass analog den Versuchen in koffeinfreiem Kaffee im ungereinigten Chloroformauszug weitere stickstoffhaltige Substanzen ausser Koffein enthalten sind, die bei der Stickstoffbestimmung nach *Kjeldahl* erfasst und als Koffein berechnet werden. Als Mittelwerte von je 3 Bestimmungen von Columbia-Kaffee wurden erhalten:

I. Methode *Helberg*	1,21 % Koffein
II. Methode *Helberg,* Reinigung mit Permanganat	1,075 % Koffein
III. Methode *Pritzker* u. *Jungkunz*	1,34 % Koffein

Wie aus I und II ersichtlich ist, ist dieser Fehler in der Tat wieder anzutreffen. Die Differenzen erscheinen im ersten Augenblick gering, doch ist dabei folgendes zu überlegen. Es war gar nicht zu erwarten, dass die Differenz zwischen den Bestimmungsmethoden *Helberg* «ungereinigt und gereinigt» für koffeinhaltigen und koffeinfreien Kaffee wesentlich verschieden ist. Denn bei dem Entkoffeinierungsprozess werden ausser dem Koffein praktisch keine andern Bestandteile des Kaffees herausgelöst. Die in das Chloroform übergehenden stickstoffhaltigen Stoffe ausser Koffein bleiben also dieselben, und folglich muss sich auch an der Grössenordnung des Bestimmungsfehlers nichts ändern. Die Differenz von einigen $^1/_{100}$ Prozenten ergeben für koffeinhaltigen Kaffee nur einen Fehler von ca. 1% des Gesamtstickstoffgehaltes, währenddessen diese Differenz bei koffeinfreiem Kaffee über 100% des Gesamtgehaltes an Koffein ausmacht.

Wenn wir Versuche I und II mit dem Befund nach der Methode III von *Pritzker* und *Jungkunz* vergleichen, so können wir ferner folgendes feststellen. Es ist bekannt, dass nach der Methode von *Pritzker* und *Jungkunz*

der einmalige Chloroformauszug bei der Bestimmung des Koffeins in koffeinhaltigem Kaffee nicht genügt, sondern mindestens 5 Chloroformauszüge gemacht werden müssen, um das Koffein restlos aus dem Kaffee zu entfernen. Es war deshalb zu erwarten, dass nach der Methode von *Helberg* durch Auskochen von Kaffee mit Wasser während 10 Minuten nicht alles Koffein erfasst werden kann. Diese Vermutung ist durch die vorliegenden Versuche klar bestätigt.

Noch unvollständiger ist der Koffeinentzug bei der Untersuchung von ungeröstetem, koffeinhaltigem Kaffee. Im ungerösteten Zustand ergibt derselbe Columbia-Kaffee folgende Resultate:

I. Methode *Helberg*	0,936 %	Koffein
II. Methode *Helberg,* Reinigung mit Permanganat	0,875 %	Koffein
III. Methode *Pritzker* u. *Jungkunz*	1,38 %	Koffein

Während die letztere Methode für gerösteten und ungerösteten Kaffee sehr gut übereinstimmende Ergebnisse gibt, wobei der Koffeinverlust beim Röstprozess ebenfalls berücksichtigt werden muss, ist die nach der Methode *Helberg* erfassbare Koffeinmenge noch sehr stark zurückgegangen. In bezug auf Reinigung treten dieselben erwähnten Erscheinungen auf.

Es wurde darauf verzichtet, weitere Analysen von koffeinhaltigem Kaffee durchzuführen, da der Koffeingehalt von koffeinhaltigem Kaffee nur wissenschaftliches Interesse bietet und eine Gehaltsvorschrift im Schweizerischen Lebensmittelbuch nicht vorgesehen ist.

Zusammenfassend ist zu bemerken, dass die Bestimmungsmethode für Koffein nach der Vorschrift von Dr. *E. Helberg* für koffeinfreien und koffeinhaltigen Kaffee Resultate ergibt, die eine Aufnahme dieser Methode in das Schweizerische Lebensmittelbuch nicht als empfehlenswert erscheinen lassen.

C. Bestimmung des wässerigen Extraktes.

Es ist erfreulich, dass die Bestimmung des wässerigen Extraktes des Kaffees durch das neue Lebensmittelbuch in klarer und eindeutiger Weise geregelt worden ist. Durch die Festsetzung einer gut definierten Korngrösse ist eine weitgehende Uebereinstimmung verschiedenseitiger Extrakt-Analysen gesichert. Nach Angaben der neuen Untersuchungsvorschrift haben wir in unserem Laboratorium sehr viele Extrakt-Analysen vorgenommen, um sowohl die Unterschiede der Extraktbestimmung bei verschiedener Korngrösse festzustellen, als auch den Extraktgehalt des Kaffees in bezug auf den festgesetzten Minimalgehalt (22% für koffeinhaltigen Kaffee und 20% für koffeinfreien Kaffee) zu prüfen. Die zu diesem Zwecke unternommenen Analysen wurden genau nach Vorschrift des Schweizerischen Lebensmittelbuches ausgeführt mit dem Unterschied, dass der Extrakt aus dem Aufguss nicht pyknometrisch, sondern gravimetrisch bestimmt wurde, um anschliessend an diese Untersuchungen betreffs Korngrösse die beiden letzt-

genannten Methoden zu vergleichen. Es sollen folgende Ergebnisse angeführt werden:

	Extrakt in % bei Korngrösse		
	unter 0,5 mm	0,5 bis 1 mm	über 1 mm
1. Koffeinhaltiger Kaffee.			
Guatemala	27,2	26,4	24,4
Mexiko	28,8	25,0	23,2
Santos	28,0	24,6	22,2
Domingo	28,2	24,8	22,6
Haiti	27,4	24,4	22,8
Columbia	27,8	24,2	22,6
2. Koffeinfreier Kaffee.			
Columbia	24,8	22,0	20,8
Haiti	24,0	21,6	19,6
Guatemala	24,0	21,6	20,2
Santos	24,0	21,6	20,0
Mexiko	23,2	21,6	19,4
Domingo	24,4	22,4	20,8
Hag, Paket Nr. 35 254 . .	24,0	21,6	20,0
Sanka, Paket Nr. 35 255 . .	24,0	21,6	20,0
Zaun, Einkauf 30. Sept. 1935	24,8	20,8	19,2
Oneco, Paket Nr. 53 116 . .	24,0	20,8	19,2

Aus diesen Tabellen sind sowohl die grossen Unterschiede des Extraktgehaltes bei verschiedenen Korngrössen gut ersichtlich, und ferner zeigt es sich, dass alle untersuchten Kaffees in bezug auf wässerigen Extrakt über der gesetzlich vorgeschriebenen Mindestgrenze stehen.

3. Die zweite wesentliche Neuerung der Vorschrift ist die *pyknometrische* Bestimmung des Kaffee-Aufgusses. Wie die folgende Tabelle zeigt, ergibt diese neue Methode allgemein höhere Extraktzahlen.

	gravimetrisch %	pyknometrisch %
Koffeinhaltiger Kaffee.		
Korngrösse 0,5 bis 1 mm		
Domingo	27,4	31,4
Guatemala	26,4	30,0
Haiti	26,4	28,2
Santos	27,6	28,4
Salvador	27,2	28,7
Koffeinfreier Kaffee.		
Haiti	23,2	24,8
Salvador	22,8	25,8
Domingo	21,2	23,6
Santos	22,4	24,8
Guatemala	22,8	25,2

Welche der beiden Bestimmungsmethoden (gravimetrisch oder pyknometrisch) die richtigen Ergebnisse gibt, ist unwesentlich, da es sich bei die-

sen Extraktanalysen nicht um eine vollständige Erfassung des Extraktes handelt, sondern nur um eine vorgeschriebene genau definierte Behandlung des Kaffees zur Erreichung vergleichbarer relativer Extraktgehalte. Wir möchten an dieser Stelle nicht unterlassen auf die aufschlussreichen Ausführungen betreffend Extraktionsbestimmungsmethoden von Dr. *J. Pritzker* und *Rob. Jungkunz* hinzuweisen (Z. U. L. 1921, **41**, 149 und Z. U. L. 1926, **51**, 99). Dass in dieser Vorschrift eine der wichtigsten Ursachen des hohen und tiefen Extraktgehaltes, die Art und der Grad des Röstens nicht einbezogen werden konnte, ist verständlich, da sich diese Behandlung nach dem Konsumenten richtet und nicht der einheitlichen Untersuchung zuliebe gleichgeschaltet werden kann.

Schaffhausen, November 1935.

Kurzer Analysengang für den Nachweis von Kampfstoffen.*)

Von J. STUDINGER,
Chemiker am Kantonalen Laboratorium Basel-Stadt.
(Vorstand: Dr. R. Viollier.)

A. Vorbereitung der Proben.

Für den Nachweis der Kampfstoffe im Laboratorium kommen hauptsächlich die von den Gasspürern erhobenen Proben in Betracht. Dies sind Erde, Blätter, Ziegel usw., welche bespritzt worden sind. Sichtbare Tropfen mittels Filtrierpapier und Pinzette aufsaugen oder mit Kapillarpipette entnehmen. Von infizierten Erdproben, Kleidern, Extrakte herstellen durch Ausziehen mit leichtflüchtigen Lösungsmitteln. Da alle Kampfstoffe in den üblichen Fettlösungsmitteln löslich sind, verwendet man am besten trockenen redestillierten Aether zur Extraktion. So vermeidet man Verunreinigungen mit anorganischen Chloriden und Sulfaten des Bodens. (Aether über Ferrosulfat und Chlorkalzium abdestillieren vor der Verwendung.) Die Extrakte auf schwach geheiztem Wasserbad vom Aether befreien. Rückstand leicht ausblasen. Alle diese Manipulationen in der Kapelle mit gutem Abzug eventuell mit der Gasmaske vornehmen (Industriefilter).

Stickoxyde und Chlor sind in den eingesandten Proben nicht oder nur noch in Spuren vorhanden und werden am Orte des Einschlags von den Gasspürern im Luftgemisch nachgewiesen.

Phosgen kann in den ursprünglich eingesandten Proben noch nachgewiesen werden, wenn es mit seinen Lösungsmitteln (Tetra, usw.) den Objekten anhaftet. Da es aber bei der Aetherextraktion verloren geht, ist es vorteilhaft, Phosgen vorher in der Luft über den Proben mit den unter C I. er-

*) Diese Arbeit wurde ausgeführt zuhanden der Kommission, die sich für die Prüfung der Kampfstoffe im Gebiet des Kantons Basel-Stadt konstituiert hat. Sie wird wahrscheinlich für die Laboratorien, die sich auch mit ähnlichen Fragen zu befassen haben, von Nutzen sein.