

Bericht über die 39. Jahresversammlung des Schweizerischen Vereins analytischer Chemiker am 24. und 25. Juni 1927 in Zug

Objektyp: **Group**

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

Band (Jahr): **18 (1927)**

Heft 6

PDF erstellt am: **12.07.2024**

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.

Bei der nähern Nachforschung ergab sich dann Folgendes. In jenem Jahr war die Obsternte sehr gering ausgefallen, so dass eine möglichst gute Verwertung angezeigt war. Da wurde denn der Versuch gemacht, wie oft man dieselben Trester wieder mahlen und auspressen könne, bis kein Saft mehr ausfliesst. Man kam bei demselben Mahlgut bis auf ein zwölfmaliges Pressen. Dadurch wurden natürlich zahlreiche Kerne zerrieben, welche bei der Gärung die erwähnten Verbindungen an den Branntwein abgaben.

Meinem Bruder, Herrn *Hans von Fellenberg*, Verwalter der Obstweingenossenschaft Oberdiessbach, danke ich auch an dieser Stelle bestens für die Ueberlassung der für diese Arbeit benützten Materialien und für die Mitteilung aller technischen Einzelheiten.

Bericht über die 39. Jahresversammlung des Schweizerischen Vereins analytischer Chemiker

am 24. und 25. Juni 1927 in Zug.

Teilnehmerliste.

a) Gäste:

Herr Regierungsrat Dr. A. Müller, Zug
» Stadtrat Uttinger, Zug.

b) Mitglieder:

| | |
|---------------------------|------------------------------|
| Herr E. Arbenz, Bern | Herr E. Holzmann, Winterthur |
| » Ch. Arragon, Lausanne | » J. Hux, Zug |
| » H. Becker, Glarus | » J. Jeanprêtre, Neuenburg |
| » W. Bissegger, Solothurn | » G. Kœstler, Bern |
| » G. Bonifazi, Lausanne | » H. Kreis, Basel |
| » J. Bürgi, Brunnen | » G. Meyer, Lenzburg |
| » A. Burdel, Freiburg | » L. Meyer, Luzern |
| » L. Deshusses, Genf | » H. Mohler, Liestal |
| » C. Dusserre, Lausanne | » E. Müller, Schaffhausen |
| » A. Evéquoz, Freiburg | » W. Müller, Basel |
| » Th. v. Fellenberg, Bern | » Th. Nussbaumer, Burgdorf |
| » L. Geret, Rorschach | » G. Nussberger, Chur |
| » Ch. Godet, Auvèrnier | » E. Philippe, Frauenfeld |
| » P. Haller, Bern | » J. Pritzker, Basel |
| » E. Helberg, Zürich | » H. Rehsteiner, St. Gallen |
| » O. Högl, Zürich | » E. Rieter, Zürich |

| | |
|----------------------------|---------------------------|
| Herr E. Ritter, Bern | Herr L. Tschumi, Lausanne |
| » E. Rosenstiehl, Lausanne | » Ch. Valencien, Genf |
| » C. Schenk, Interlaken | » G. Vegezzi, Bern |
| » B. Schmitz, Oerlikon | » G. Verda, Lugano |
| » O. Schuppli, Zürich | » F. v. Weber, Bern |
| » R. Senglet, Zofingen | » J. Werder, Bern |
| » Ph. Sjöstedt, Serrières | » A. Widmer, Wädenswil |
| » J. Thöni, Vevey | » K. Wiss, Aarau |
| » P. Tonduz, Lausanne | » B. Zurbriggen, Sitten. |

1. Sitzung

Freitag, den 24. Juni 1927, 15 Uhr, im Kantonsratssaal.

Anwesend: 44 Mitglieder.

Nach der üblichen persönlichen Vorstellung der Anwesenden verliest der Vereinspräsident, Kantonschemiker *Arragon*, folgenden **Jahresbericht**:

Messieurs et honorés Collègues,

Votre Comité vous a convoqué à cette trente-neuvième assemblée annuelle à Zoug; c'est en son nom que je vous remercie d'avoir bien voulu répondre si nombreux à son appel et que je vous souhaite à tous, une cordiale bienvenue.

Le procès-verbal de la dernière assemblée de Fribourg vous a été communiqué individuellement. Comme aucune observation ne nous est parvenue, et à moins d'avis contraire de votre part, j'en conclus que nous pouvons le considérer comme étant adopté, et je remercie notre secrétaire, M. le Dr. Müller, pour son dévouement.

Il est profondément regrettable que nos réunions, dont le caractère est si intime, soient chaque année attristées par l'annonce de mauvaises nouvelles. C'est ainsi qu'aujourd'hui, j'ai le pénible devoir de vous rappeler que notre liste des membres a été successivement marquée de six grandes croix noires, et que nous avons eu à déplorer la perte de nos collègues, Alfred Schmid, Dr. Rudolf Gageur, Dr. Fritz Toggenburg, Dr. Emile Schumacher, Dr. Paul Liechti et enfin du Dr. Lozeron.

Vous me permettrez, Messieurs, de relever très brièvement ici, la carrière de chacun des disparus.

Alfred Schmid est né le 11 novembre 1863 à St. Gall. Il obtient en 1887 son diplôme de chimiste à l'Ecole polytechnique fédérale de Zurich. Après avoir passé quelques mois à l'Etablissement fédéral de Chimie agricole de cette ville, puis 4 années à la Station de Contrôle des Denrées de Frauenfeld dont il prend la direction, il est appelé en 1897 par le Conseil d'Etat de Thurgovie, à la tête du Laboratoire can-

tonal, lequel venait d'être créé. Pendant 34 ans révolus et jusqu'à sa mort survenue le 21 octobre 1926, il remplit avec la plus grande distinction ses fonctions de chimiste cantonal. Alfred Schmid est avant tout un travailleur. Jusqu'au dernier moment, et alors que sa maladie le faisait déjà cruellement souffrir, il continue à s'intéresser à tout ce qui touche à la chimie alimentaire et à l'hygiène.

Il publie lui-même de nombreux travaux qui sont un témoignage frappant de la grande conscience et de la minutie qu'il apporte dans tout ce qu'il entreprend. Son œuvre est considérable et sa collaboration aux travaux de révision de l'Ordonnance fédérale sur le Commerce des denrées et du Manuel suisse des denrées est des plus féconde.

Ceux qui ont eu le privilège de travailler avec lui dans les nombreuses commissions dont il faisait partie, se rappelleront toujours avec quelle persévérance, je dirai même avec quelle tenacité il défendait ses idées. Modeste quand son opinion prévalait, il savait rester souriant quand le vote lui était contraire; il montrait ainsi l'excellence de son caractère.

Le Dr. *Rudolf Gageur* est né à Bâle, le 25 janvier 1878. Après avoir suivi la filière des écoles secondaires et du gymnase, il fait ses études de chimiste aux universités de Bâle et de Strasbourg. Il entre ensuite comme assistant au Laboratoire cantonal de Bâle, puis après une année, se décide à suivre les cours de l'Ecole de teinture de Mulhouse. Il revient alors dans sa ville natale où bientôt il est nommé en qualité d'Expert fédéral aux douanes. Premier lieutenant dans l'armée, il est mobilisé en 1914 et tombe gravement malade.

Depuis cette époque, sa santé reste délicate et le 23 décembre 1926, la mort met fin à une carrière toute de travail et de devoir joyeusement accompli.

A Bâle, le Dr. Gageur s'était créé une phalange de nombreux amis qui appréciaient en lui son caractère affable et son empressement à rendre de multiples services.

Le 6 janvier 1927, notre Société perd encore un de ses membres, le Dr. *Fritz Toggenburg*. Né le 11 février 1877, Toggenburg suit tout d'abord et pendant 6 semestres, les cours de l'Ecole de mécanique du Technicum de Winterthour. Il étudie ensuite la chimie à l'Ecole technique supérieure de Darmstadt, puis à l'Université de Berne.

Depuis lors, sa carrière est quelque peu mouvementée. Il entre successivement comme assistant au Laboratoire d'essais de matériaux du Polytechnicum, sous la direction de Tetmayer, puis comme 2^{me} assistant du Prof. Carl Friedheim, au Laboratoire inorganique de l'Université de Berne. On le retrouve après au Laboratoire cantonal de Genève, puis à celui de Bâle en 1907. Il est appelé à donner un cours de chimie et de minéralogie, au Technicum de Winterthour, pendant le

semestre d'hiver 1908—1909, à titre de remplaçant provisoire, et passe 4 semestres comme assistant du Prof. Dr. Hartwich, à l'École de Pharmacie du Polytechnicum. Enfin, après avoir suivi les cours de la Station de Contrôle des thermomètres de Charlottenbourg, il entre dans la maison Niggli & Cie. à Zurich.

Il a laissé partout où il a passé, le meilleur souvenir et ses chefs lui ont délivré des attestations qui n'ont rien de la banalité courante des documents de ce genre, mais qui, au contraire, insistent sur les qualités professionnelles de Toggenburg.

Gravement atteint lors d'un court séjour fait à Paris, le Dr. Toggenburg succombe à la suite d'une crise cardiaque.

Nous avons encore à déplorer la perte de notre Collègue, le Dr. *Emile Schumacher-Kopp*, mort le 9 janvier 1927, à l'âge de septante-sept ans. Né le 1^{er} novembre 1850, Schumacher après avoir suivi les écoles de Lucerne et fait sa maturité, entre au Polytechnicum à Zurich et passe ensuite à l'Université de Vienne.

Après avoir brillamment terminé ses études, il est appelé comme professeur de chimie à l'Université nouvellement créée de Tokio, mais cédant aux sollicitations de sa famille, il décline cette offre et se décide à rentrer à Lucerne comme assistant du Dr. Stierlin auquel il succède bientôt pour prendre la place de Chimiste cantonal.

Doué d'une activité prodigieuse, toutes les sciences l'intéressent et il se passionne surtout pour l'ethnographie.

Sa grande érudition et ses talents d'organisateur le désignent à l'attention des Autorités et des grands groupements scientifiques. C'est ainsi qu'il eut l'honneur d'être nommé par le Conseil fédéral, adjoint du Commissaire général, le Colonel Vögeli, à l'Exposition universelle de Paris, en 1889. Possédant à un haut degré l'amour des voyages, il visite tous les pays du monde, et rapporte chaque fois de ses lointaines randonnées, une riche moisson de collections et de nouvelles études.

Avec Schumacher disparaît une des figures d'intellectuels les plus intéressantes et les plus sympathiques de notre époque. Le souvenir de ses récits vivants et si pleins d'humour restera longtemps à la mémoire de ceux d'entre nous qui ont eu le plaisir de l'entendre dans nos réunions.

A peine quelques semaines se sont-elles écoulées depuis la mort du Dr. Schumacher, que la nouvelle du décès de Paul Liechti vient de nouveau étendre un voile de deuil sur notre société.

Paul Liechti est né le 12 février 1866 à Berne. Après avoir obtenu son diplôme de pharmacien à l'Université de Berne, il fait différents stages en qualité d'assistant dans les laboratoires de chimie et à l'Institut pharmaceutique de Berne. En 1892 il est nommé adjoint à

l'Institut agricole nouvellement créé de l'Université, et enfin en 1897 il devient Chef de l'Etablissement fédéral de Chimie agricole du Liebefeld.

Il fait quelques voyages d'études en Allemagne, notamment à l'Institut agricole de Darmstadt. En 1919, l'Académie royale Agricole de Suède lui décerne le titre de membre, en récompense des services rendus à l'agriculture.

L'œuvre du Dr. Paul Liechti est immense et fait le plus grand honneur à notre pays.

Il publie de nombreux travaux sur les méthodes analytiques appliqués aux fourrages et aux engrais, et sur l'amélioration des sols de culture, sur l'utilisation rationnelle des engrais naturels, etc. etc.

Il est aidé dans ses travaux par de nombreux collaborateurs qui ont en lui une belle confiance et qui éprouvent pour ses hautes qualités la plus sincère admiration.

Son caractère gai et ouvert lui créent de nombreuses et fidèles amitiés. L'heure fatale sonne pour lui et Paul Liechti est enlevé aux siens et à ses amis, le 24 février 1927.

Je croyais mon triste devoir accompli en rendant hommage à ces cinq membres disparus, lorsque j'appris encore brusquement, et à la dernière heure, la mort de Monsieur le Dr. Lozeron.

Faute de renseignements plus complets, je ne puis malheureusement que vous retracer à grands traits, la carrière de notre collègue.

Après avoir fait ses études à l'École polytechnique de Zurich, le Dr. *Lozeron* entre à la station viticole à Auvernier, dirigée à cette époque, par son père. Il y donne des cours de botanique et s'intéresse surtout aux questions concernant la physiologie de la vigne et la reconstitution du vignoble.

Il fait ensuite un stage de six mois au laboratoire cantonal de Neuchâtel et se spécialise dans l'analyse des vins.

Lors de l'entrée en vigueur de la Loi sur le commerce des denrées, il est appelé comme expert fédéral aux entrepôts de Genève, pour le contrôle des vins importés.

Entre temps, le Conseil fédéral l'envoie, accompagné de votre serviteur, en Espagne, pour étudier la production, la vinification et les caractères des vins de la Catalogne.

Le Dr. Lozeron meurt à la fleur de l'âge, soit à 49 ans à la suite d'une longue et douloureuse maladie.

Je vous invite maintenant, Messieurs, à vous lever, pour honorer la mémoire de nos deux membres d'honneur les Dr. Emile Schumacher et Paul Liechti, ainsi que celle de nos membres Alfred Schmid, Dr. Gageur, Dr. Toggenburg et Dr. Lozeron.

Messieurs,

Dans le courant de l'exercice écoulé, votre Comité a tenu cinq séances, dont une avec le Comité renforcé que vous aviez nommé lors de l'Assemblée de Fribourg.

Notre première préoccupation a été de donner suite au projet de réorganisation dont vous aviez accepté le principe. C'est ainsi que nous avons eu l'honneur de vous soumettre en première ligne les statuts, tels qu'ils avaient été acceptés en séance plénière du Comité renforcé.

Ces statuts ont trouvé votre approbation. Les résultats du vote général sont en effet les suivants:

Bulletins délivrés 140 — Rentrés 88. Ont voté pour l'acceptation 83, et contre, 5. Les abstentions étant statutairement acquises aux adhésions, le nombre des acceptants est ainsi porté à 135 contre 5 rejetants.

Un des points essentiels de nos nouveaux statuts était la création d'une nouvelle catégorie de membres, celle des «Firmenmitglieder» ou membres associés.

Ces derniers devaient se recruter dans la grande industrie chimique ainsi que dans l'industrie alimentaire et des branches qui en dépendent.

Nous avons donc envoyé des circulaires à tous ceux qui nous paraissaient aptes à entrer dans notre société, et par la même occasion nous avons fait appel aux chimistes, hygiénistes etc., en leur rappelant le but de la Société suisse des Chimistes analystes.

Nous sommes heureux de vous annoncer aujourd'hui que les résultats ont déjà dépassé nos espérances, et que nous avons inscrit dans nos rôles 10 nouveaux membres actifs et 54 membres associés.

Les nouveaux membres actifs sont Messieurs Lucien Benvegnin, chimiste au Laboratoire cantonal à Lausanne, Dr. P. Haller, Régie fédérale des alcools à Berne, Hans Hamberger, chimiste à Oberried, Dr. S. Janett, Laboratoire cantonal à Coire, Dr. G. Lüscher à Muri, Dr. H. Mohler, Inspecteur des denrées à Liestal, Robert Morerod, Expert fédéral à Vallorbe, Jean Ruffy, chimiste au Service fédéral de l'hygiène à Berne, R. Séchaud, chimiste à Montreux, Dr. R. Senglet, chimiste à Zofingue.

Sur les 54 firmes inscrites, 16 appartiennent à la Suisse romande et 38 à la Suisse allemande.

L'effectif des membres de la Société se monte ainsi à 200 membres, dont 146 ordinaires et 54 associés, dont la liste paraîtra dans notre organe officiel. Je signale en passant le geste généreux de la Société pour l'Industrie chimique de Bâle qui s'est inscrite avec une cotisation annuelle de frs. 50 au lieu de 20, montant ordinaire.

Dans cet état nominatif ne sont pas comprises deux démissions, celles de Messieurs E. Weymuth à Seewen et W. Sussdorf à Zurich.

Notre société est donc en pleine prospérité et nous pouvons regarder vers l'avenir avec confiance. Cet espoir est d'autant plus fondé que nous comptons actuellement un nombre réjouissant de jeunes éléments qui seront heureux de collaborer à nos travaux.

Manifestations externes.

Monsieur le Prof. Dr. Kreis a bien voulu consentir à nous représenter à l'assemblée annuelle de la Société suisse pour l'Industrie chimique, qui s'est tenue à Bâle les 27 et 28 avril.

Nous avons d'autre part envoyé un télégramme, saluant le « Verein Deutscher Nahrungsmittelchemiker » à l'occasion de son assemblée à Dusseldorf, ainsi qu'une lettre de vives félicitations à Monsieur le Prof. Tschirch à Berne, qui fêtait son septantième anniversaire.

Messieurs,

Vous aviez accepté la proposition faite par le Conseil suisse de la Chimie, de réunir tous les 3 ans en assemblée plénière, les trois grands groupements: La Société suisse de chimie, la Société suisse pour l'Industrie chimique et la Société des Chimistes analystes.

Cette échéance triennale tombait précisément en 1927 et le Conseil nous avait avisé que l'assemblée était fixée à Territet, les 1^{er} et 2 avril. Après en avoir mûrement étudié le programme et s'être rendu compte des charges financières qui incomberaient aux participants, votre comité a décidé de ne pas donner suite à l'invitation du Conseil, et de n'envoyer à Territet qu'une délégation composée de Messieurs les Dr. Valencien, Dr. Tschumi et du Président.

Cette décision n'a du reste été prise qu'après avoir consulté les deux groupes les plus importants de la Société, soit les chimistes cantonaux et les chimistes agricoles; elle est basée sur les constatations suivantes:

1^o La participation d'un certain nombre de nos membres était exclue, en raison des dépenses qu'entraînaient pour eux trois jours de présence à Territet. Ce point n'avait qu'une importance relative pour les chimistes officiels, qui bénéficient d'un subside de l'Etat. La situation se présentait par contre sous un autre jour pour les assistants et chimistes privés qui font partie de la Société. Pour beaucoup d'entre eux, ce séjour à Territet eut été une lourde charge.

2^o Le programme ne nous permettait que de tenir une courte séance administrative le matin du premier avril et ne réservait que l'après-midi du même jour pour l'Assemblée plénière et la présentation des travaux scientifiques.

Cet arrangement limitait ainsi la « production individuelle » et pratiquement nous obligeait à renoncer à l'élaboration d'un programme scientifique. Enfin, Messieurs, le charme de nos réunions réside pré-

cisément dans le fait qu'elles ont toujours eu un caractère d'intimité et de vie de famille où chacun peut s'exprimer librement et exposer ce qui lui plait.

A Territet cette possibilité se trouvait exclue.

Le Conseil a du reste compris les motifs qui nous obligeaient à renoncer à participer à ce « Congrès suisse de la Chimie ».

Donnant suite à un vœu exprimé par Monsieur Baragiola, nous avons demandé au Département fédéral des Finances, d'inviter la Société à collaborer aux travaux de la Commission de l'Alcool.

Dans sa réponse très courtoise, cette autorité nous avise qu'elle a transmis notre demande avec chaude recommandation au Département fédéral de l'Intérieur, seul compétent.

Maintenant, Messieurs, un vaste champ de travail s'ouvre devant nous. Nous aurons à reprendre la question si importante et si urgente aussi, de la révision du Manuel suisse des denrées alimentaires. A ce propos, je suis particulièrement heureux de pouvoir vous assurer l'appui très efficace, du Service fédéral de l'hygiène publique, avec lequel nous continuerons à entretenir les relations les plus étroites et les plus cordiales.

Je suis certain d'être votre interprète en remerciant très sincèrement Monsieur le Directeur Dr. Carrière, pour la bienveillance qu'il nous a toujours témoignée.

Je félicite encore notre Groupe agricole, qui sans beaucoup de bruit, et presque à notre insu, a déjà élaboré un recueil de méthodes analytiques, et travaille à un projet concernant l'unification du contrôle, pour les produits destinés à combattre les maladies des plantes.

Nous devons aussi soutenir et encourager les efforts des jeunes et récompenser par des subsides les travaux les plus méritants.

Permettez moi en terminant, de vous rappeler l'existence de notre organe officiel: « Les travaux de chimie alimentaire et d'hygiène » publié par le Service fédéral de l'hygiène publique à Berne, organe qui compte encore trop peu d'abonnés dans le sein de la Société, et cela malgré la réduction de 50% du prix de l'abonnement, accordé à nos membres.

Je vous annonce encore que la Société est représentée par son président, dans le Comité d'Honneur nommé pour la célébration du Centenaire du grand chimiste français, Marcelin Berthelot.

Et maintenant, Messieurs, je déclare la 39^{me} assemblée annuelle de la Société suisse des Chimistes analystes ouverte, et vous remercie de la bienveillante attention que vous m'avez témoignée en écoutant cet exposé.

A. *Evéquo*z-Freiburg referiert hierauf über die Tätigkeit des « Conseil de la chimie suisse », in welchem er den Schweizer. Verein analytischer Chemiker vertritt. Kurz zusammengefasst, führt er folgendes aus:

Conseil de la Chimie suisse.

Depuis notre dernière assemblée, le Conseil n'a tenu qu'une seule séance avec les tractandas suivants à l'ordre du jour:

1^o Rapport de Mr. le Prof. Treadwell sur le 7^{me} Congrès de la Chimie pure et appliquée tenu à Washington en Sept. dernier.

2^o Admission des pays ennemis de l'entente dans l'Union internationale de la Chimie pure et appliquée.

3^o Assemblée commune des trois Sociétés de chimie faisant partie du Conseil de la chimie suisse.

4^o Commémoration de la naissance de Berthelot.

Les travaux à l'ordre du jour du 7^{me} Congrès international ont été les suivants:

Réforme de la nomenclature chimique
 Réforme de la nomenclature biologique
 Etalons physicochimiques
 Combustibles solides
 Produits purs pour recherches
 Produits céramiques
 Hygiène industrielle.

Le Congrès s'est terminé par un voyage d'étude dont les participants ont tiré profit grâce à la facilité avec laquelle ils ont pu pénétrer partout dans les usines, fabriques, laboratoires etc.

L'impression restée au Prof. Treadwell à la suite des excursions faites dans nombreuses usines, fabriques et laboratoires, est que l'Amérique du Nord est le premier du monde au point de vue technique et industriel.

Le Conseil de la Chimie suisse a toujours été partisan de l'admission des pays ennemis de l'entente dans l'Union internationale de la Chimie pure et appliquée. C'est chose faite depuis le dernier Congrès et il ne reste plus qu'à attendre la demande des pays intéressés, Allemagne, Autriche, etc.

La question de l'assemblée commune des trois Sociétés avait été admise pour la présente année, au dernier moment et pour des raisons spéciales, que vous connaissez, le projet n'a pas pu être réalisé.

Le Conseil de la chimie suisse a décidé de s'associer à la célébration du centenaire du célèbre chimiste Eugène Marcellin Berthelot, si ce n'est par participation directe, au moins par l'envoi d'une adresse. Tous les pays faisant partie de l'Union internationale rendant hommage à la mémoire du grand savant, nous ne pouvons et ne voulons pas rester en dehors de cette manifestation. Les travaux de Berthelot ont été nombreux; ses ouvrages, ses mémoires, ses leçons, résultant de plus de 50 années de travail, touchent à des sujets très divers que l'on

peut cependant ramener à 3 types principaux: La nature des alcools, la synthèse chimique, la fixation de l'azote dans le sol. C'est plus qu'il n'en faut pour que le nom d'un tel homme passe à la postérité.

Hieran schliesst sich ein kurzer Bericht über die «Schweizerische Milchkommission», erstattet von A. Evéquo-Freiburg und im Auszuge folgendermassen lautend:

Commission suisse du lait.

La Commission suisse du lait compte à ce jour 66 membres, représentant pour ainsi dire toutes les associations et sociétés qui s'intéressent à la question laitière dont l'importance ne saurait être méconnue.

Elle a franchi en 1926 son premier lustre d'existence; le travail entrepris dès la première heure et poursuivi méthodiquement depuis mérite d'être signalé.

Statistique laitière suisse, Enquête sur l'étendue des causes des pertes subies par la mauvaise qualité du lait, Campagne contre la concurrence déloyale sur le marché du beurre et du fromage, Concours pour le relèvement de la qualité du beurre et du fromage, Préparation d'une collection de diapositifs et d'un film laitier. Edition d'un manuel du trayeur, sont autant de questions mises à l'étude par la Commission suisse du lait, et dont quelques unes ont été amenées à chef avec des résultats réjouissants.

Durant le dernier exercice, le Comité et les sous-commissions: Commission de propagande, Commission de contrôle officiel du lait et produits du lait, Commission pour l'amélioration du lait de consommation, Commission pour le travail technique du lait, Commission pour les affaires internationales, ont travaillé d'un commun accord principalement sur les questions suivantes:

1^o Préparation d'un film laitier.

2^o Mesures à prendre pour soustraire soit à la consommation soit à la fabrication le lait provenant de vaches atteintes de maladies chroniques de la tétine.

3^o Protection des fromages indigènes, marques et appellations d'origine. La question du film laitier n'a pas pu être résolue, d'une façon définitive et satisfaisante jusqu'à présent. La raison en a été le manque de temps à disposition des membres de la sous-commission, pour s'en occuper d'une manière suivie. C'est pourquoi le Comité a proposé à l'assemblée générale, la création d'un poste permanent dont le titulaire aurait pour mission l'élaboration du film laitier. Cette proposition a été acceptée et le comité est certain de trouver les fonds nécessaires pour le traitement de la personne qui sera choisie.

A fin de soustraire au commerce le lait de vaches atteintes de maladies chroniques de la tétine, le comité a demandé que les vaches reconnues malades soient au bénéfice de l'assurance au même titre que les vaches tuberculeuses ou atteintes du charbon; qu'elles soient abattues et ne puissent plus comme cela se pratique actuellement, passer simplement d'une écurie dans une autre par suite de vente.

La question de la protection des marques d'origine et appellations dans le commerce international des fromages à l'exportation a fait un gros pas en avant. Au dernier Congrès international de laiterie tenu à Paris, le point de vue qui a toujours été défendu par la commission suisse du lait, a été adopté par les représentants de 27 Etats et il y a tout lieu de croire que les gouvernements ratifieront ce qui a été admis à Paris par leurs représentants.

Les propositions adoptées sont:

1^o Les noms des sortes de fromages, dérivés de leur région d'origine, comme par ex. Emmenthal, Gruyère, Roquefort etc. ne peuvent être employés sans autre qualificatif, que pour la marchandise fabriquée dans leur pays d'origine respectif.

2^o Pour les imitations fabriquées dans d'autres pays, ce nom doit être complété de façon à indiquer clairement le pays où l'imitation a été fabriquée.

3^o Le texte et les images des étiquettes des fromages imitation ne doivent pas avoir un libellé ni un sujet en relation avec le pays d'origine. C'est ainsi par ex. que nous ne verrons plus sur des fromages fabriqués en Amérique ou ailleurs la Croix fédérale, comme marque réclame.

Die Frage der **Revision des Lebensmittelbuches** gibt Anlass zu regem Meinungs-austausch. Unbestritten ist die Notwendigkeit einer Neubearbeitung. Zur Vorbereitung der eigentlichen Revisionsarbeiten wird auf Antrag des Vorstandes eine 7-gliedrige Kommission gewählt, die aus folgenden Vereinsmitgliedern besteht:

Kreis (Präsident), *Evéquo*, *Holzmann*, *Pritzker*, *Valencien*, *Werder* und *Wiss*.

Auf Antrag der beiden Rechnungsrevisoren *Ritter* und *Valencien* wird die **Jahresrechnung**, die erfreulicherweise mit einer Vermehrung des Vereinsvermögens abschliesst, genehmigt und Kassier und Gesamtvorstand Décharge erteilt.

Der **Jahresbeitrag** wird auf der Höhe von Fr. 6.— für Einzelmitglieder und Fr. 20.— für Firmenmitglieder belassen.

Den würdigen Abschluss der Sitzung bildet die Ernennung von Prof. *H. Kreis*, Kantonschemiker von Basel, zum Ehrenmitglied. Prof. *Kreis* hat diese Ehrung in hohem Grade verdient, nicht nur als langjähriges, treues Mitglied des Vereins, dem er in zahllosen Kommissionen seine reiche Erfahrung je und je zur Verfügung gestellt hat, sondern auch in Anerkennung seiner Verdienste als Kantonschemiker und in Würdigung seiner akademischen und wissenschaftlichen Tätigkeit.

Am offiziellen Bankett, das abends 7 Uhr im Hotel Ochsen stattfindet, feiern Vertreter von Bund, Kanton und Gemeinde den Verein. Zwischenhinein erfreut das Doppelquartett des Cäcilienvereins Zug die Tafelnden mit schönen Weisen und sorgt ein Mitglied als ausgezeichnete Mime für Humor, sodass trotz der fast tropischen Hitze das Essen einen sehr angeregten Verlauf nimmt.

2. Sitzung

Samstag, den 25. Juni 1927, 8 Uhr 30, im Kantonsratssaal.

Anwesend: 43 Mitglieder und Gäste.

Der Präsident eröffnet die Sitzung und erteilt *H. Kreis*-Basel das Wort zu seinem Vortrag

Ueber den Nachweis des Sojabohnenöls.

(Ist in dieser Zeitschrift an anderer Stelle erschienen.)

Hierauf referiert *L. Deshusses*-Châtelaine-Genève über

Dosage de l'arsenic trivalent pour le contrôle de quelques produits insecticides.

Cas des verts de Schweinfurth.

On peut procéder de la façon suivante (Méthode Avery-Beans modifiée). On pèse 1 g de substance que l'on dissout à froid, dans HCl n, 15 à 20 cm³ suffisent. On neutralise avec une solution de bicarbonate de sodium jusqu'à formation d'un précipité que l'on redissout par addition d'une solution de tartrate de potassium en quantité telle que l'on introduise 1 à 2 g de ce sel. On complète à 250 cm³.

Si, lors de la dissolution du vert, il reste un résidu, on filtre sur le ballon de 250 cm³, on lave à l'eau le résidu qui sert à la détermination de l'anhydride arsénieux libre et des impuretés éventuelles: sable, oxyde de cuivre, sulfate de chaux et de baryum. Le filtrat est traité comme précédemment.

On prélève alors 50 cm³ de la solution, ajoute quelque 250 cm³ d'eau et l'on titre par l'iode $\frac{n}{10}$ ou mieux $\frac{n}{15}$.

Pour doser As_2O_3 libre, on traite le filtre avec le résidu, dans un verre, avec une solution de carbonate de soude ou de soude caustique. Dans cette solution, le dosage de As_2O_3 s'effectue selon la technique courante.

Les résultats ainsi obtenus comportent une erreur systématique par excès. Nous avons établi qu'elle est de l'ordre de 0,1% de As_2O_3 . Cette remarque permet donc de corriger les chiffres obtenus par titrage volumétrique avec l'iode, des verts de Schweinfurth normaux¹⁾.

Remarque.

L'appréciation de la valeur commerciale d'un vert de Schweinfurth ne peut être ramenée au seul dosage de l'arsenic trivalent total. Il faut tenir compte que les verts peuvent être additionnés de As_2O_3 libre pour les mettre au titre, *ce qui ne peut être toléré si l'on prétend interdire l'emploi de l'anhydride arsénieux dans la lutte contre les parasites des végétaux*. L'acéto-arsénite de cuivre pur ne contient pas d'anhydride libre. Toutefois si l'on veut tenir compte des aléas de fabrication, on peut accorder une certaine tolérance. Nous remarquons à ce propos que les verts que nous avons eu à examiner peuvent se classer dans les trois catégories suivantes:

- a) Verts exempts de As_2O_3 libre;
- b) Verts renfermant jusqu'à 1% de As_2O_3 libre;
- c) Verts renfermant de 5 à 8% de As_2O_3 libre.

Ces derniers, relativement rares d'ailleurs, sont le résultat d'une préparation défectueuse ou d'une addition de As_2O_3 .

Il semble donc que *ce titre de 1% en As_2O_3 libre soit une tolérance suffisante.*

A la suite de quelques analyses, nous avons constaté que la facilité du tamisage au tamis de 6400 mailles au cm^2 défend souvent de *l'humidité du produit*. Nous avons donc cherché à fixer la norme d'humidité d'un vert conforme.

Voici quelques chiffres relatifs à des verts normaux qui ont été vendus à Genève (dessiccation à 100°):

| Echantillon | Eau % | Echantillon | Eau % |
|-------------|-------|-------------|-------|
| H | 0,62 | U | 1,29 |
| Si | 0,92 | Ha, Po | 1,42 |
| Co | 1,01 | S | 1,50 |
| Sw | 1,04 | Fr | 1,75 |
| Dr | 1,14 | | |

L'humidité n'atteint donc pas 2% pour un vert normal.

Mais nous avons analysé un vert renfermant 15% d'eau et qui corrodait fortement les boîtes de fer qui le contenait.

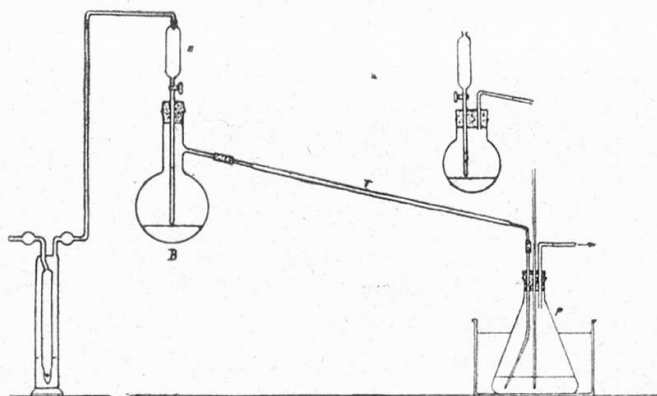
¹⁾ On trouvera la justification expérimentale de quelques uns des faits énoncés dans le cours de cette note dans *Helvetica*, **10**, 517 (1927).

Si l'on remarque qu'un acéto-arsénite de cuivre ou tout autre arsénite insecticide peut être additionné de matières diverses, faussant le titrage au iode (matières colorantes, sulfate de cuivre, colloïdes) on est amené à chercher une autre méthode plus générale, moins longue de la méthode gravimétrique à l'arséniate ammoniac-magnésien ou au sulfure d'arsenic.

C'est la raison qui nous a conduit à étudier puis à appliquer aux arsénites insecticides la **méthode par distillation du trichlorure d'arsenic en présence d'alcool méthylique dans un courant d'air et dans un bain d'eau bouillante**. Cette méthode imaginée par Duparc a été appliquée par Moser et ses collaborateurs à diverses séparations de l'arsenic; elle a l'inconvénient d'exiger une distillation très longue.

Nous avons substitué au mélange d'alcool méthylique et d'acide chlorhydrique saturé, *une solution à 20% de gaz chlorhydrique dans de l'alcool méthylique anhydre*, avec ou sans addition de KBr ou de quartz pilé.

Le dispositif de distillation très simple figuré ci-contre, comprend un ballon tubulé de 300 cm³, relié d'une part à deux flacons laveurs garnis de H₂SO₄, par l'intermédiaire d'un entonnoir cylindrique muni d'un robinet, d'autre part à un erlemeyer de 500 cm³ par un tube de 1 cm de diamètre et de 60 cm de long. L'erlemeyer où l'on verse 200 à 300 cm³ d'eau est fermé par un bouchon de caoutchouc percé de 3 trous par où passent: le tube adducteur du distillat légèrement recourbé, un tube de sureté que l'on ferme au moment opportun par un morceau de caoutchouc, enfin un tube relié à la trompe à eau et auquel on peut adjoindre, par excès de précaution, un tube à boules de Liebig.



Technique d'un dosage.

On pèse une quantité de substance telle qu'elle ne contienne pas plus de 0,2 g de As₂O₃ (par exemple: 0,2 g de vert). La trompe à eau fonctionnant, on introduit la matière dans l'entonnoir à l'aide d'un peu d'alcool méthylique anhydre (dans certains cas, on a avantage à peser la substance dans un petit tube que l'on glisse directement dans le ballon à

distiller). On ferme le tube de sûreté et l'air circule alors lentement. On verse 50 cm³ d'alcool à 20% de HCl dans l'entonnoir, que l'on relie alors aux barboteurs à H₂SO₄. On laisse couler le contenu de l'entonnoir et l'on plonge le ballon dans l'eau bouillante. Après 10 minutes, on rajoute 15 cm³ d'alcool — HCl et l'on renouvelle par prudence cette addition dès qu'il ne reste que quelques cm³ de liquide dans le ballon.

La durée de la distillation est de 30 minutes au maximum et par addition initiale de 2 g de KBr, on peut même la diminuer de moitié.

Les chiffres suivants se rapportant à des verts de Schweinfurth permettent de constater l'excellente concordance des résultats obtenus par les diverses méthodes.

| Gravimétrie | Avery-Beans | | Distillation | |
|-------------|-------------|----------|--------------------|----------------|
| | Bruts | Corrigés | avec alcool et HCl | alcool 20% HCl |
| 56,75 | 56,83 | 56,77 | 56,77 | 56,73 |
| 55,47 | 55,54 | 55,49 | 55,51 | 55,50 |
| 58,59 | 58,64 | 58,58 | 58,60 | 58,56 |
| 56,36 | 56,40 | 56,34 | 56,23 | 56,25 |
| 56,50 | 56,54 | 56,48 | 56,42 | 56,42 |

Si donc, la méthode Avery-Beans *modifiée et corrigée* convient pour les verts purs, les arsénites qui ne peuvent être titrés directement, s'ils sont toutefois exempts d'antimoine et d'étain ce qui est le cas ordinaire, peuvent être dosés rapidement et exactement par *la nouvelle méthode de distillation en présence d'alcool méthylique saturé de gaz chlorhydrique*.

L. Deshusses-Châtelaine-Genève behandelt nun das Thema:

Recherche du colorant rationnel pour le titrage de la nicotine.

Le cas le plus simple que l'on puisse envisager en volumétrie est le titrage d'une base forte par un acide fort. Au point d'équivalence, la réaction du liquide est alors voisine de la neutralité ($p_H = 7$).

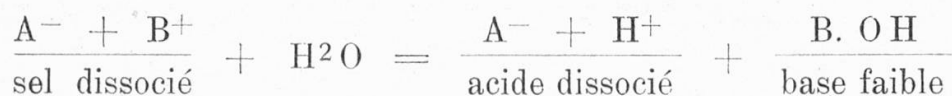
Lorsque l'on suit les progrès de la neutralisation au moyen des sauts de potentiel et que l'on détermine la concentration en ions H après chaque addition d'acide, on observe, au voisinage du point d'équivalence une brusque variation de la réaction. Le p_H de la solution passe brusquement de 11 à 3, de l'alcalinité à l'acidité accusées.

Si l'on titre une base faible par un acide fort, la courbe de neutralisation est différente, la variation de réaction est moins soudaine aux environs du point d'équivalence. Celui-ci se produit d'ailleurs pour une réaction qui n'est plus la neutralité, en raison de l'hydrolyse du sel de la base faible formé.

En effet, on peut écrire:



Pour le cas d'une base faible, la dissociation de l'acide fort est prépondérante et la solution contient un excès d'ions hydrogène:



La réaction au point d'équivalence est donc d'autant plus déplacée du côté de l'acidité que la constante de dissociation de la base est plus petite.

Le choix de l'indicateur est donc déterminé par la lecture d'une courbe de titrage potentiométrique ou, à défaut, par le calcul du p_H au point d'équivalence, à l'aide des constantes de dissociation de la base.

Si la plupart des indicateurs usuels conviennent pour le titrage d'une base forte, leur zone de virage étant comprise entre $p_H = 3$ et $p_H = 11$, il convient de choisir judicieusement *l'indicateur destiné au titrage d'une base faible, de telle façon que sa zone de virage comprenne la réaction au point d'équivalence.*

Il faut observer à ce propos que si les théories physico-chimiques permettent de limiter le problème de la recherche du colorant rationnel et autorisent un choix où l'empirisme a sa place la plus restreinte, il ne s'ensuit pas que tout empirisme, tout tâtonnement soit exclu. Entre plusieurs indicateurs également rationnel, l'expérience doit choisir le plus favorable en tenant compte en particulier de la précision des teintes sensibles du virage et de la concentration du colorant.

Les constantes de dissociation de la nicotine n'ont fait l'objet que d'un nombre très restreint de travaux. Les constantes de Kolthoff sont certainement les mieux établies

$$(K_1 = 7 \times 10^{-7}, K_2 = 1,4 \times 10^{-11})$$

Les déterminations potentiométriques et conductométriques des alcaloïdes¹⁾ sont difficiles, pour ce qui concerne la nicotine tout particulièrement, en raison de la difficulté d'obtenir une base pure et fraîche et d'éviter l'action du CO_2 sur les solutions diluées. Ainsi Du-toit qui titre conductométriquement quelques alcaloïdes, évite de donner la constante de dissociation de la nicotine, déduite de ses mesures. Kolthoff mentionne la présence d'impuretés dans la nicotine qu'il utilise, d'autres signalent l'opalescence ou l'odeur de pétrole des solutions de cette base.

La détermination des constantes de la nicotine mérite donc une révision qui est pour nous d'autant plus utile qu'elle est en rapport étroit avec le titrage volumétrique de cet insecticide.

¹⁾ Cf. en particulier Müller, Z. elektroch. (1924), **30**, 587; Baggesgaard-Rasmussen et Shou, id. (1925), **31**, 189; Wales, J. ind. eng. Chem. (1926), **18**, 390.

L'exposé du détail de nos mesures sort du cadre de cette note préliminaire. Nous en détachons ce qui touche à la chimie analytique.

Voici par exemple l'un des titrages potentiométriques à l'aide de l'électrode d'Hildebrand (Calomel « saturé », liaison KCl saturé).

Nicotine puriss de Merk distillée dans un courant d'hydrogène sous pression réduite

HCl 0,1 n, NaOH environ 0,5 n, privée de carbonate,

1 cm³ libère 0,0313 g de nicotine,

10 cm³ de la solution de nicotine sont additionnés de 25 cm³ de HCl 0,1 n.

| cm ³ NaOH | Volts | p _H | cm ³ NaOH | Volts | p _H |
|----------------------|--------|----------------|----------------------|--------|----------------|
| 0 | 0,4158 | 2,87 | 2,6 | 0,5171 | 4,63 |
| 1,0 | 0,4264 | 3,05 | 2,7 | 0,5324 | 4,90 |
| 1,5 | 0,4359 | 3,22 | 2,8 | 0,5403 | 5,03 |
| 1,7 | 0,4424 | 3,22 | 3 | 0,5554 | 5,29 |
| 1,9 | 0,4505 | 3,46 | 12 | 0,7610 | 8,85 |
| 2,2 | 0,4670 | 3,76 | 12,5 | 0,7863 | 9,28 |
| 2,3 | 0,4723 | 3,85 | 12,75 | 0,8085 | 9,68 |
| 2,4 | 0,4785 | 3,96 | 13 | 0,8368 | 10,15 |
| 2,5 | 0,4923 | 4,19 | | | |

Trouvé 10,24 cm³ NaOH correspondant à 0,320 g de Nicotine. Le calcul exige 10,35 cm³ NaOH. L'écart est donc de 1,2%. Le p_H de la première inflexion (2,575 cm³) est 4,45.

Dans les mesures avec la lame d'hydrogène le p_H de la solution du monosel est 4,5 ± 0,2 pour divers échantillons de nicotine.

Avec l'électrode de quinhydrone 3,5 n, des chiffres voisins de p_H = 5,5 ont été obtenus.

Nous nous sommes assuré de l'exactitude de nos mesures et de la fidélité de nos électrodes en mesurant fréquemment le voltage de la solution standard 0,1 n HCl et 0,09 KCl dont le p_H est 2,029 d'après Biilmann et 2,038 selon Sørensen. Nos mesures ont fourni 2,04 à 19°.

La nicotine ne pouvant être titrée que comme base mono-acide, c'est donc le p_H correspondant à la première inflexion qui intervient. L'écart considérable que nous enregistrons (p_H = 4,5 ou p_H = 5,5) ne peut s'expliquer aisément. L'influence des divers facteurs: réduction éventuelle de la base, réaction avec la quinhydrone, erreur de sel inconnue pour le cas de la nicotine, devrait être discutée.

Dans les mesures directes faites sur des mélanges équivalents de solutions 0,1 n de nicotine et 0,1 n HCl, le chiffre moyen p_H = 5,57 a été obtenu, coïncidant avec les données de l'électrode de quinhydrone 3,5 n.

C'est donc un p_H voisin de 5,6 que nous envisagerons pour limiter notre choix parmi les colorants destinés au titrage volumétrique de la nicotine.

En adoptant les constantes de Kolthoff, on obtient 5,64 pour la solution de Chlorhydrate de nicotine, chiffre qui s'accorde avec nos mesures.

Parmi les indicateurs qui peuvent être envisagés, nous avons expérimenté :

| | Zone de virage pH | Teinte acide - alcaline |
|------------------------------------|----------------------|----------------------------|
| (Bleu bromophénol) | 3 — 4,6 | jaune-bleu) |
| Alizarine sulfonate Na | 3,7— 5,2 | jaune-violet |
| 1., 2., 5. dinitrophénol | 4 — 6 | incol.-jaune |
| Vert bromo-crésol | 4 — 5,6 | |
| Rouge méthyle | 4,2— 6,3 | rouge-jaune |
| Phénacétoline | ? | jaune-rose |
| Lackmoïde | 4,4— 6,6 | rouge-bleu |
| Pourpre bromo-crésol | 5,2— 6,8 | jaune-pourpre |
| (Bleu bromo-thymol.) | 6 — 7,6 | jaune-bleu) |

Les deux termes extrêmes de cette liste n'ont servi que pour contre-vérification.

La nicotine en solution 0,1 n ou 0,01 n est titrée au moyen de HCl 0,1 n ou H₂SO₄ 0,5 n. Les titrages en retour sont effectués avec de la soude sans carbonate 0,1 n.

Le tableau suivant où les résultats sont la moyenne de 4 titrages au moins, résume nos observations :

| Indicateur | Concentration | Nicotine présente | Nicotine trouvée par titrage direct | Nicotine trouvée par titrage en retour |
|-------------------------------------|---|-------------------|-------------------------------------|--|
| Bleu bromo-phénol | { sol. 0,2 % 1 gtte. ds. 100 | 0,324 | 0,368 | imprécis |
| Alizarine sulfonate Na | { sol. 0,1 % 5—10 gttes. ds. 100 | 0,324 | 0,328 | 0,328 |
| 1., 2., 5. dinitro-phénol | { sol. alcool 0,1 % 5 gttes. ds. 100 | 0,405 | 0,408 à 0,436 | imprécis |
| Vert bromo-crésol | { sol. 0,2 % 4 gttes. ds. 100 | 0,324 | virage imprécis | |
| <i>Rouge méthyle</i> | { sol. 0,2 % 1 gtte. ds. 100 | 0,324 | 0,325 | 0,322 |
| | | 0,405 | 0,405 | 0,405 |
| <i>Phénacétoline</i> | { sol. 0,5 % alcool 5—10 gttes. ds. 100 | 0,324 | 0,324 | 0,322 à 0,324 |
| Lackmoïde | { sol. alcool 0,2 % 10—20 gttes. ds. 100 | 0,324 | 0,332 | 0,329 à 0,322 |
| Pourpre bromo-crésol | { sol. 0,2 % 1 gtte. ds. 100 | 0,324 | 0,320 | 0,316 |
| | | 0,583 | 0,580 | 0,577 |
| Bleu bromo-thymol | { sol. 0,2 % 1 gtte. ds. 100 | 0,405 | 0,331 à 0,396 | imprécis |

Le rouge méthyle et la phénacétoline fournissent donc des résultats exacts.

Pour le *rouge méthyle*, le titrage direct a lieu sur le rose tandis qu'il faut éviter de pousser jusqu'au jaune lors d'un titrage en retour où la teinte à obtenir est l'orangé. Les objections que l'on a pu élever contre l'emploi de cet indicateur ne nous paraissent pas fondées.

La *phénacétoline* donne d'excellents résultats. La teinte sensible à observer est l'orangé.

Les teintes de virages étant pour ce colorant celles du rouge méthyle inversées, on peut tirer parti de cette circonstance en *titrant directement la nicotine en présence de rouge méthyle et en effectuant les titrages en retour plutôt en présence de phénacétoline*. L'apparition de la teinte rose dans une liqueur jaune étant plus aisément observable que le virage inverse.

Sur ces deux indicateurs, le *lackmoïde* ne présente aucun avantage. Le titrage direct sur le rouge vineux donne des chiffres un peu trop élevés, le titrage en retour sur le bleu paraît meilleur.

Le *pourpre bromo-crésol*, outre qu'il donne des résultats un peu faibles (dans nos essais quelque 1%) ne présente pas des teintes de virage qui permettent de le substituer au rouge méthyle.

Pour ce qui concerne le *vert bromo-crésol* qui remplace avantageusement le rouge méthyle pour la détermination colorimétrique de la concentration en ions hydrogène entre $p_H = 4$ et $p_H = 5,6$ il ne constitue pas un indicateur utilisable en raison de l'imprécision du virage.

Es folgt der Vortrag von *Ernst Helberg* und *Otto Högl*, Zürich (Referent *Otto Högl*), über

Koffeinbestimmungen in koffeinfreiem Kaffee.

Schon bei flüchtiger Durchsicht der einschlägigen Literatur bemerkt man, dass die Zahl der veröffentlichten Methoden zur Bestimmung des Koffeins im Kaffee sehr gross ist. Trotzdem finden sich immer wieder Arbeiten, die sich mit diesem Thema befassen, bis in die neueste Zeit, so im Jahrgang 1926 dieser Mitteilungen eine Arbeit von G. Bonifazi, Lausanne, in der Z. U. L. eine solche von W. Strüber, endlich in den Annales de Fals. von S. Gobert. Diese Arbeiten bringen im allgemeinen prinzipiell nichts Neues, es handelt sich eher darum, gewisse Mängel bereits bekannter Methoden zu beseitigen oder grössere Genauigkeit zu erreichen. Diese Bestrebungen sind berechtigt und sogar recht wichtig geworden, seit die sogenannten koffeinfreien Kaffees aufgekomen sind, indem bei diesen ganz andere Verhältnisse bei der Bestimmung eintreten. Bei ebenso grossen Mengen Ausgangsmaterial ist die Koffeinmenge nur $\frac{1}{10}$ bis $\frac{1}{40}$ der gewöhnlichen und es ist einleuchtend, dass Verunreinigung und Fehlbeträge hierbei eine viel grössere Rolle spielen müssen.

Doch noch ein weiterer Grund legt es nahe, speziell in der Schweiz auf dieses Thema einzugehen: Es ist die Festsetzung der Höchstgrenze für Koffein in koffeinfreiem Kaffee in der neuen schweizerischen Lebensmittelverordnung. Arbeitet nun die eine Untersuchungsanstalt nach

dieser Methode, die andere nach jener, so können sich recht grosse Differenzen ergeben, was bei der niedrigen Grenzzahl zu Unzukömmlichkeiten führen muss. Darum wäre es sicher zu begrüßen, wenn nur *eine* Methode massgebend wäre. Eben von diesem Gesichtspunkte aus möchten wir im weitern einige der gebräuchlichen Methoden betrachten.

Es ist zwar zu sagen, dass das Lebensmittelbuch eine Koffeinbestimmungsmethode anführt, doch ist dieselbe nicht besonders für Koffeinfreien Kaffee ausgearbeitet worden (Ausgang 5 g), auch erfordert sie offenbar einige Uebung, wie ja Bonifazi, der sich mit einer ähnlichen Methode intensiv befasste, selber sagt. Eine quantitative Sublimation erfordert immer ziemlich viel Erfahrung und Uebung, dann allerdings sind die Resultate nach den genannten Ausführungen von Bonifazi recht schön. Auch die Notwendigkeit eines besonderen Apparates, wie sie diese Methode voraussetzt, ist unseres Erachtens für eine offizielle Methode ungünstig. Dieselbe sollte doch wenn möglich mit dem gewöhnlichen, in jedem Laboratorium vorhandenen Material ausgeführt werden können. Im folgenden sollen drei Methoden genauer betrachtet werden. Es sind dies meines Wissens die heute meist gebrauchten.

Da ist zunächst die älteste nach Juckenack u. Hilger (Forsch. Ber., 1897, 4, 151) in der Modifikation von K. Wimmer von uns Methode I bezeichnet, ferner diejenige nach Lendrich und Nottbohm (Z. U. N. G., 1909, 17, 241), Methode II, und schliesslich die neueste nach Fendler und Stüber (Z. U. N. G., 1915, 30, 274), doch wurde von uns die Modifikation nach Kreis veröffentlicht von Pritzker (Z. U. L., 1926, 51, 100), Methode III, gebraucht.

Methode I ist in grossen Zügen etwa folgende: 20 g Kaffee werden vermahlen und mit einer bestimmten Menge Wasser ausgekocht, mit Aluminiumazetat und Natriumbikarbonat heiss gefällt, filtriert, ein aliquoter Teil mit Aluminiumhydroxyd und Filtrierpapier vollständig zur Trockne gebracht und mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Der Auszug wird eingedampft und ergibt reines Koffein, doch ist der Gehalt immer durch eine Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl zu kontrollieren. In dieser Form galt das Verfahren seinerzeit (1902) in den « Vereinbarungen deutscher Nahrungsmittelchemiker » als massgebend, wurde jedoch in der ursprünglichen Form aufgegeben, weil sich herausstellte, dass bei der trockenen Extraktion mit Tetrachlorkohlenstoff nur schwer alles Koffein in Lösung gehe, also die Resultate zu niedrig ausfallen. K. Wimmer gab deshalb eine modifizierte Methode an. Da unseres Wissens dieselbe noch nicht veröffentlicht ist, sei sie hier im Wortlaut wiedergegeben.

« In einem tarierten Emailtopf, in welchem sich ein Glasstab befindet, werden ca. 900 cm³ Wasser gegeben, zum Sieden erhitzt und 20 g des auf 1 mm Korngrösse gemahlene Kaffees unter Umrühren

hinzugefügt. Man kocht unter Ersatz des verdampfenden Wassers eine Stunde, lässt dann auf 60 bis 80° C. erkalten, setzt 70 cm³ einer Lösung von basischem Aluminiumazetat (8%) und während des Umrührens allmählich 1,9 g Natriumbikarbonat zu, kocht abermals 5 Minuten und bringt das Gesamtgewicht nach dem Erkalten auf 1020 g. Nun wird durch ein grosses Faltenfilter filtriert. 750 g des völlig klaren Filtrates, entsprechend 15 g Substanz, werden in einer Porzellanschale über direkter Flamme soweit eingedampft, dass ein Verspritzen des Inhaltes nicht eintritt. Hierauf fügt man 12 bis 13 g gefälltes, gepulvertes Aluminiumhydroxyd hinzu, und dampft auf dem Wasserbade, unter zeitweiligem Umrühren, bis nahezu zur Trockne ein. Dann gibt man in die Schale feinen Seesand, verreibt zu einer gleichmässigen Masse und bringt den Schaleninhalt quantitativ in die Extraktionshülse. Nachdem man die letzten Reste des Schaleninhaltes mit feuchter Watte aufgenommen und die Watte ebenfalls in die Extraktionshülse gebracht hat, extrahiert man während ca. 8 Stunden in einem Extraktionsapparat mittels Tetrachlorkohlenstoff. Die Tetrachlorkohlenstofflösung wird quantitativ in einen Kjehldahlkolben gebracht, aus diesem abdestilliert und im Rückstand der Stickstoff bestimmt. 1 cm³ $\frac{n}{10}$ Säure entspricht 0,00487 g Koffein.»

Auch bei uns wurde nach dieser Modifikation gearbeitet. Doppelbestimmungen ergeben übereinstimmende Resultate und auch bei verschiedenen Analytikern fielen die Ergebnisse gleich aus, z. B. Koffeingehalt in %

| | |
|-------|-------|
| 0,210 | 0,203 |
|-------|-------|

Eine gewisse Unsicherheit liegt nur darin, dass das Rohkoffein, d. h. das Tetrachlorkohlenstoffextrakt, in welchem man dann zuletzt den Stickstoff bestimmt, ausser Koffein eine grosse Menge Verunreinigungen enthält, z. B.

| Rohkoffein | Reinkoffein |
|------------|-------------|
| 0,53 % | 0,217 % |
| 0,92 % | 0,167 % |

Ob nun diese Verunreinigungen absolut N-frei sind, ist immerhin fraglich. Die Resultate fallen auch im Vergleich mit den andern Methoden etwas höher aus, wie sich bei Kaffee HAG, wohl wegen der geringen Koffeinmenge, besonders deutlich zeigte, z. B.

| Methode | I | IIb | III |
|---------|---------|---------|---------|
| | 0,047 % | 0,029 % | 0,036 % |
| | 0,060 % | 0,036 % | 0,035 % |

Immerhin sind die Ueberschüsse gering. Ein weiterer Nachteil der Methode ist dagegen, dass sie sehr zeitraubend ist.

Methode II, diejenige nach Lendrich und Nottbohm, gilt im allgemeinen als die sicherste, best fundierte. Die Arbeit, auf welche sie

sich stützt, ist auch sehr gründlich durchdacht und nachgeprüft worden. Das Prinzip ist etwa folgendes: Der gemahlene Kaffee wird mit Wasser angefeuchtet und hierauf mit Tetrachlorkohlenstoff erschöpft, der Tetrachlorkohlenstoff unter Zusatz von Paraffin abgedampft und mehrmals mit heissem Wasser extrahiert. Nach jeweiligem Abkühlen wird abfiltriert und dies Extrakt kalt mit Kaliumpermanganat oxydiert, das Mangan durch essigsäure Wasserstoffsuperoxydlösung ausgefällt und abfiltriert. Nun werden zwei Möglichkeiten offen gelassen: Entweder man dampft zur Trockne ein und zieht den noch eine halbe Stunde getrockneten Rückstand sofort mit Chloroform aus (Modifikation a), oder die Lösung wird direkt mit Chloroform ausgeschüttelt (Modifikation b). Nach Abdampfen des Chloroforms sollen die Wägungen direkt richtige Resultate geben. Wenn es auf grosse Genauigkeit ankommt, so schlagen die Autoren vor, immerhin zur Sicherheit eine Stickstoffbestimmung auszuführen. Das wäre der Fall bei koffeinfreiem Kaffee.

Methode II a ist in den «Festsetzungen des kais. Gesundheitsamtes» massgebend, mit der geringen Abänderung, dass statt mit Wasser mit 10%igem Ammoniak befeuchtet wird. Dagegen ist die Wiedergabe verkürzt, die verschiedenen Vorsichtsmassregeln, die Lendrich und Nottbohm vorschreiben, in bezug auf das Auskochen mit Wasser sowie zuletzt das Ausziehen mit Chloroform, sind weggelassen, und hier können Fehler eintreten. Bei uns wurde gewöhnlich nach Methode II a gearbeitet, wie sie in den «Festsetzungen des kais. Gesundheitsamtes» und im Handbuch von König angeführt ist. Als Kontrolle setzten wir meist zugleich eine Bestimmung nach Juckenack und Hilger an und die Resultate stimmten bei koffeinhaltigem Kaffee ausgezeichnet, z. B.

| Methode I | Methode II a |
|-----------|--------------|
| 1,08 ‰ | 1,08 ‰ |
| 1,01 ‰ | 1,06 ‰ |
| 0,84 ‰ | 0,81 ‰ |

Dagegen traten grosse Differenzen auf bei koffeinfreien Kaffees, obwohl die Arbeitsweise genau die gleiche war, z. B.

| | |
|--------|--------|
| 0,07 ‰ | 0,03 ‰ |
| 0,21 ‰ | 0,13 ‰ |

Merkwürdigerweise zeigten sich jedoch auch Differenzen zwischen Modifikation II a und II b, z. B.

| Modifikation II a | Modifikation II b |
|-------------------|-------------------|
| 0,07 ‰ | 0,12 ‰ |
| 0,13 ‰ | 0,25 ‰ |

so dass geschlossen werden musste, es sei dies dadurch bedingt, dass einmal trocken, das andere Mal nass extrahiert wurde. Lieferte nun die trockene Methode zu niedrige Werte, wie aus späteren Versuchen an-

zunehmen war, so musste ein Feuchtwerden des Extraktes, verbunden mit intensiver Behandlung mit Chloroform bessere Übereinstimmung geben, wie sich auch zeigte.

| Modifikation IIa | Modifikation IIb |
|------------------|------------------|
| 0,123 % | 0,151 % |
| 0,172 % | 0,195 % |

Immer noch zeigte jedoch Methode IIb und, wie später gezeigt wird, auch III, etwas höhere Werte. Das trocken extrahierte Koffein war nun unbestritten das reinste, wie schon die weisse Farbe zeigte, und um zu sehen, wieviel Verunreinigungen mitgewogen wurden, führten wir nunmehr bei beiden Modifikationen Stickstoffbestimmungen durch. Hierbei zeigte sich, dass das ganz trocken extrahierte Koffein wirklich rein war, indem Stickstoffbestimmung und Wägung übereinstimmten, während das nass extrahierte noch eine gewisse Menge Verunreinigungen enthielt, z. B.

| Modifikation IIb | gewogen | N-Best. |
|------------------|---------|---------|
| | 0,183 % | 0,160 % |
| | 0,137 % | 0,112 % |

Bei der nassen Methode ist also eine Stickstoffbestimmung notwendig.

Die Fehlbeträge der trockenen Methode sind auch erklärlich. Bei koffeinhaltigen Kaffees genügt eine viermalige Extraktion mit siedend heissem Chloroform vollständig, weil die grosse Menge Koffein die wenigen Extraktbestandteile beim Lösungsprozess pulverförmig aufwirbelt. Ganz anders bei koffeinfreiem: hier bilden die Extraktstoffe eine sehr zähe, zusammenhängende Schicht am Glase und wie schon Lendrich und Nottbohm selber feststellten, ist aus ganz trockenen Massen das Koffein schwer herauszulösen. Hält man sich peinlich an die Vorschrift, sofort und ganz trocken zu extrahieren, so fallen die Resultate zu niedrig aus. Lässt man aber die Extraktstoffe nur einen Augenblick an der Luft stehen, so ziehen sie sofort Feuchtigkeit an und sind dann leicht vom Glase abzulösen, wobei auch alles Koffein in Lösung geht. Ob dann aber noch die gleiche Reinheit bestehen bleibt, ist mindestens fragwürdig; eine Stickstoffbestimmung wird notwendig, was die ganze umständliche Reinigung unnötig macht.

Dass bei dieser Methode leicht Fehlbeträge entstehen, beweisen auch Zeugnisse, die uns von einer Firma vorgewiesen wurden. Hiernach fanden einige deutsche Laboratorien unter 0,1% Koffein in den gleichen Kaffees, in denen wir 0,15 bis 0,17% nach Methode IIb und III nachwiesen.

Methode III ist derjenigen von Lendrich und Nottbohm sehr ähnlich. Die Hauptabweichung ist, dass statt im Soxhlet mit Tetrachlor-

kohlenstoff direkt mit Chloroform und etwas Ammoniak am Rückflusskühler extrahiert wird. Die Reinigung mit Kaliumpermanganat etc. ist nur etwas vereinfacht, sonst gleich.

Um Sicherheit zu haben, dass durch die einmalige Extraktion mit Chloroform nach Vorschrift und nachheriges Auswaschen alles Koffein zu entfernen ist, führten wir mit der gleichen schon extrahierten Menge die ganze Operation nochmals durch, mit dem Resultat, dass nur noch geringe Spuren stickstoffhaltiger Bestandteile erhalten wurden. Es genügt also die einmalige Ausführung

| Stickstoffbestimmung | 1. Auszug | 2. Auszug |
|----------------------|----------------|-----------------|
| | 0,13 % Koffein | 0,002 % Koffein |
| | 0,13 % » | 0,004 % » |

Dagegen erscheint eine einfache Wägung des Rückstandes ungenügend, denn die Stickstoffbestimmung liefert noch um einiges niedrigere Werte.

| Wägung | Stickstoff-Bestimmung |
|---------|-----------------------|
| 0,250 % | 0,209 % |
| 0,180 % | 0,158 % |

Es sollte also bei koffeinfreiem Kaffee eine Stickstoffbestimmung nicht unterlassen werden. Führt man dieselbe aus, so ergeben Doppelbestimmungen, gleichgültig ob mit 10 oder 20 g Ausgangsmaterial ausgeführt, genau gleiche Werte.

| Ausgang | 10 g | 20 g |
|---------|---------|---------|
| | 0,088 % | 0,088 % |
| | 0,127 % | 0,124 % |
| | 0,224 % | 0,219 % |

Da eine grössere Menge Ausgangsmaterial bei der geringen Kaffeemenge günstig ist, sollten mindestens 20 g in Arbeit genommen werden.

Um die Richtigkeit aller drei Methoden nachzuprüfen und überhaupt die Sicherheit zu haben, dass bei den verschiedenen Endresultaten wirklich Koffein erhalten wurde, führten wir eine ganze Reihe von Bestimmungen nach allen drei Methoden aus:

Koffeingehalte in %.

| Methode I | | Methode II b | | Methode III | |
|-----------|---------|--------------|---------|-------------|---------|
| gewogen | N-Best. | gewogen | N-Best. | gewogen | N-Best. |
| 0,533 | 0,217 | 0,235 | 0,209 | 0,250 | 0,209 |
| 0,566 | 0,233 | 0,253 | 0,227 | 0,255 | 0,219 |
| 0,577 | 0,240 | 0,263 | 0,236 | 0,251 | 0,214 |
| 0,560 | 0,198 | 0,198 | 0,175 | 0,196 | 0,168 |
| 0,470 | 0,185 | 0,193 | 0,171 | 0,199 | 0,163 |
| 0,92 | 0,167 | 0,183 | 0,160 | 0,180 | 0,158 |
| 1,17 | 0,134 | 0,137 | 0,112 | 0,152 | 0,134 |
| 0,52 | 0,151 | 0,185 | 0,162 | 0,198 | 0,171 |
| 0,60 | 0,203 | 0,211 | 0,190 | 0,242 | 0,206 |
| 0,72 | 0,174 | 0,196 | 0,176 | 0,266 | 0,176 |

| Methode I | | Methode IIb | | Methode III | |
|-----------|---------|-------------|---------|-------------|---------|
| gewogen | N-Best. | gewogen | N-Best. | gewogen | N-Best. |
| 0,337 | 0,040 | 0,042 | 0,024 | 0,055 | 0,029 |
| 0,320 | 0,045 | 0,044 | 0,026 | 0,062 | 0,030 |
| 0,287 | 0,047 | 0,045 | 0,029 | 0,088 | 0,036 |
| 0,400 | 0,060 | 0,053 | 0,036 | 0,083 | 0,035 |

Wie man sieht, geben alle drei Methoden bei der direkten Wägung keine brauchbaren Werte. Bei Methode I sagen die Wägungen überhaupt nichts. Bei Methode IIb und III erscheinen die Werte, die aus den Wägungen erhalten werden, auf den ersten Blick zwar recht gut. Doch konnten wir feststellen, dass hie und da, ohne ersichtlichen Grund, eine Wägung zu hoch ausfiel, was besonders bei Doppelbestimmungen auffiel und eine gewisse Unsicherheit bedingte. Bei den Werten aus Stickstoffbestimmungen war dies sozusagen nie der Fall, so dass unbedingt dieselben vorzuziehen sind. Bei der niedrigen Grenzzahl für Koffein kann ausserdem jeder Ueberschuss, auch wenn er relativ gering ist, ziemlich schwer ins Gewicht fallen. Wie aus der Tabelle ersichtlich ist, stimmen nun bei allen drei Methoden die Werte aus den Stickstoffbestimmungen recht gut überein, trotzdem ja der Gang der Koffeinisolierung recht verschieden ist. Als weitere Stütze dafür, dass bei der Stickstoffbestimmung wirklich der Koffeinwert erhalten wird, können die Ergebnisse der Arbeit von G. Bonifazi angeführt werden. Dieser erhielt bei Sublimation, also auf ganz anderem Wege, fast genau die gleichen Differenzen zwischen Roh- und Reinkoffein.

Zusammenfassend kann gesagt werden:

1. Methode IIa gibt beim koffeinfreien Kaffee leicht zu niedrige Werte, wenn auch das Koffein am reinsten erhalten wird.
2. Methode I, IIb und III geben bei der direkten Wägung zu hohe Werte.
3. Verbinden wir diese Methoden mit einer Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl, so erhalten wir die richtige Koffeinmenge.

Man kann nun sagen, dass Methode I, IIb und III betreffend Sicherheit ungefähr gleichwertig sind. Dagegen bietet Methode III die grössten Vorteile in bezug auf Schnelligkeit in der Ausführung ohne irgendwelche bekannten Nachteile aufzuweisen. Ohne besondere Vorsichtsmassregeln werden von verschiedenen Analytikern und in verschiedenen Mengen Ausgangsmaterial tadellos übereinstimmende Werte gefunden. Wir schlagen deshalb vor, dieselbe als die massgebende zu betrachten.

Sie sei hier im Wortlaut wiedergegeben:

«20 g feingemahlener Kaffee werden mit 12 cm³ 10%igem Ammoniak in einem 300 cm³ Kolben befeuchtet, einige Minuten stehen gelassen, mit 75 cm³ Chloroform versetzt und während einer Stunde am Rückfluss gekocht. Der ganze Kolbeninhalt wird nach einigem Abkühlen in einen grossen Glastrichter gebracht, in dessen Ablauf ein Watte-

bausch als Filtermasse gelegt wurde. Erst jetzt wird das Vakuum angesetzt und das Chloroform vorsichtig durchgesaugt. Ebenso verfährt man beim Nachwaschen: Bei jedesmaligem Aufgiessen von frischem Chloroform soll das Vakuum abgestellt und erst nach Durchfeuchten der Masse wieder abgesaugt werden. So erreicht man eine vollständigere Entfernung des Koffeins, dazu werden Verluste durch zu stürmisches Durchsaugen vermieden. Im ganzen verwendet man sechs mal je 20 cm³ Chloroform zum Auswaschen. Der Kochkolben wird jeweilen mit der Waschflüssigkeit vorher ausgespült. Nun wird der Chloroformauszug quantitativ in einen 300er Erlenmeyerkolben gebracht und das Lösungsmittel abdestilliert. Der Verdampfungsrückstand des Chloroformauszuges wird mit 80 cm³ heissem Wasser übergossen; man digeriert unter öfterem Umschütteln 10 Minuten auf dem siedenden Wasserbade und kühlt ab. Zu der vollkommen erkalteten Flüssigkeit gibt man bei geröstetem Kaffee 40, bei Rohkaffee 20 cm³ 1%ige Kaliumpermanganatlösung und lässt eine Viertelstunde bei Zimmertemperatur stehen. Die Flüssigkeit soll bis zuletzt rotviolett gefärbt bleiben, sonst wird noch mehr Kaliumpermanganat zugesetzt. Man bringt nun das Mangan durch Zusatz von etwa dreiprozentiger Wasserstoffsperoxydlösung, welche in 100 cm³ 1 cm³ Eisessig enthält, zur Abscheidung. Zu diesem Zwecke fügt man zunächst 2 cm³ der sauren Wasserstoffsperoxydlösung hinzu, nötigenfalls fährt man mit dem Kubikcentimeterweisen Zusatz fort bis die Flüssigkeit nicht mehr rötlich gefärbt ist. Nun stellt man den Kolben auf ein siedendes Wasserbad. Nach einigen Minuten werden Portionen von je 0,5 Kubikcentimeter der Wasserstoffsperoxydlösung zugefügt, bis die Flüssigkeit auf weiteren Zusatz nicht mehr heller wird. Im ganzen belässt man den Kolben eine Viertelstunde auf dem Wasserbad. Man kühlt ab, filtriert durch ein angenetztes glattes Filter. Kolben und Filter werden mit kaltem Wasser nachgewaschen. Das klare, etwa 200 cm³ betragende Filtrat wird zunächst mit 50, dann dreimal mit je 25 cm³ Chloroform ausgeschüttelt. Die vereinigten Chloroform-Ausschüttelungen werden in einem gewogenen Erlenmeyerkölbchen von etwa 250 cm³ Fassungsvermögen eingedunstet. Nachdem man die letzten Chloroformanteile durch vorsichtiges Ausblasen entfernt hat, trocknet man kurze Zeit bei 100°, kühlt ab und wiegt. Die Wägung ergibt den ungefähren Koffeingehalt. Dieses Rohkoffein wird nun mit etwa 10 cm³ Wasser übergossen und dann mit 5 cm³ konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Durch die Erhitzung geht das Koffein glatt in Lösung und wird nun in einen Kjeldahlkolben übergeführt. Durch nochmaligen Zusatz von Wasser und Schwefelsäure wird der Kolben nachgewaschen und mehrmals mit etwas Wasser ausgespült. Hierauf versetzt man die Lösung mit etwas Kupfersulfat und 5 g Kaliumsulfat und erhitzt auf freier Flamme. In kurzer Zeit wird die Lösung absolut klargrünblau und

nunmehr wird durch alkalische Destillation in vorgelegte $\frac{n}{10}$ Säure der Ammoniumgehalt bestimmt. Die Stickstoffbestimmung erfordert in dieser Form etwa 1 Stunde, 1 cm³ $\frac{n}{10}$ Säure, die in der Vorlage verbraucht wurde, ergibt 0,00487 g Koffein.

A. Widmer-Wädenswil spricht nun:

Ueber die Konservierung von süssen Obstsäften mit chemischen Stoffen, speziell Natriumbenzoat und Mikrobin.

Der Referent bezweckte mit seinen Ausführungen und der anschliessenden Degustation von nach verschiedener Vorbehandlung ungleich konservierten Apfel-, Birn- und gemischten Obstsäften verschiedener Jahrgänge den amtlichen Chemikern Gelegenheit zu geben, sich über die chemische Sterilisation der Obstsäfte, speziell mit Natriumbenzoat ein unvoreingenommenes Urteil zu bilden, was in Hinblick auf die gesetzliche Neuregulierung der Benzoatfrage wichtig ist.

Der Bundesratsbeschluss vom 13. September 1926, der Natriumbenzoat zur Haltbarmachung von Süssmosten aus Kernobst in einer Höchstmenge von 0,8 g pro Liter probeweise für ein Jahr gestattet, wurde vielfach missverstanden, indem ausschliesslich durch Zusatz dieses Mittels in der Maximaldosis in Pulverform oder in wenig Saft eingerührt versucht wurde, jedem beliebigen meist trüben Saft, wie er von der Presse läuft im Fass vielfach ohne Spezialhahnen und geeignete Luftfilter süss zu erhalten. Misserfolge waren so begreiflicherweise recht häufig.

Nach den vieljährigen ausgedehnten Fass- und Flaschenversuchen des Vortragenden ist es überhaupt nicht möglich, einen trüben Saft, zumal im Holzfass sogar mit einer 0,8 g pro Liter ganz beträchtlich überschreitenden Menge Natriumbenzoat steril zu machen. Bei einem durch Obstmischung klar resultierenden Nachlaufsaft ist ein Stumm- und Keimfreihalten desselben in Flaschen bis in den Spätsommer hinein, wie praktische Versuche ergeben haben, allenfalls noch möglich. Im Holzfass liegen die Verhältnisse für die Konservierung zufolge einer spezifischen Wirkung des Holzes ganz allgemein viel ungünstiger wie im Glasgefäss. Die Herstellung eines dauernd sterilen Benzoatsaftes ist überhaupt nur bei gleichzeitigem Zusatz von schwefliger Säure oder deren Salzen unter ganz bestimmten Versuchsbedingungen möglich.

Erhält der ausschliesslich aus gesunden, unverletzten, unbeschmutzten baumreifen Früchten (teige Birnen sind zu verwerfen) durch geeignete Obstmischung, Scheidsaftzugabe oder durch Gelatine oder Tannin-Gelatine klar erhaltene Saft sofort nach erfolgter absoluter Blankfiltration neben dem Zusatz von Natriumbenzoat, je nach Saftzusammensetzung von 0,6, 0,7, 0,8 g pro Liter in Wasser gelöst, einen der Obstart und

dem Reifegrad angemessenen Einbrand in der wirksamsten Form von 5%iger schwefliger Säure, dann kann bleibende Haltbarkeit in der Flasche, in der der konservierte Saft nach Einfüllung durch einen Trichter am Standort mit reinstem Paraffinöl überschichtet und mit einem auf der Unterseite paraffinierten, neuen, sauberen Kork abgeschlossen, im Email-tank oder Borsaribehälter Kohlensäure aufgeleitet wird, garantiert werden. Bei Apfelsaft und gemischtem Saft wird die schweflige Säure in einer 10—15 g, bei Birnsaft 20—25 g Kaliummetasulfit pro Hektoliter entsprechenden Menge, d. h. zu 1 bis 1,5 bzw. 2 bis 2,5 Deziliter pro Hektoliter Saft bemessen.

Der Lagerung des konservierten Saftes im Holzfass ist einem nachträglichen Abzug auf Flaschen im Winter der Vorzug zu geben.

Der wie vorerwähnte behandelte Süssmost kratzt bei Verwendung von der der Saftzusammensetzung angepassten Dosis von Natriumbenzoat im Nachgeschmack nicht und stellt ein marktfähiges, bekömmliches Produkt dar. Völlige Reinheit bzw. Vollwertigkeit des Natriumbenzoates und der schwefligen Säure oder ihrer Salze vorausgesetzt, ist der Natriumbenzoatsaft, was die geruchliche und geschmackliche Reinheit anbetrifft, den durch Hitze sterilisierten Säften überlegen. Die gesundheitlichen Bedenken beim dauernden Genuss von Benzoatsaft, die die Gegner vorschützen, teilt der Referent nicht. Er stützt sich auf mehrjährige eigene Erfahrungen und diejenigen einer Trinkerheilstätte. Die eingeholten Gutachten schweiz. Pharmakologen, Pharmazeuten und Physiologen sprechen sich ebenfalls übereinstimmend für Gesundheitsungefährlichkeit und Unschädlichkeit aus.

Der Vortragende macht auf gewisse Vorzüge aufmerksam, die das Mikrobin vor dem Natriumbenzoat als Konservierungsmittel hat. Infolge seiner geringen Löslichkeit können nicht mehr wie 0,3 g per Liter, die in Verbindung mit schwefliger Säure zur dauernden Konservierung von Obstsaft ausreichen, zugesetzt werden. Bei grössern Dosen Mikrobin scheidet sich die überschüssige Mikrobinsäure aus. Zum Unterschied vom Benzoatsaft kratzt der Mikrobinsaft nicht. Fassversuche mit diesem Mittel stehen zur Zeit noch aus. Solbrol hat sich in orientierenden Versuchen wegen nachteiliger, geruchlicher Beeinflussung des Getränkes nicht bewährt.

Gegen die in Nr. 11 und 12 der Schweiz. Zeitschrift für Obst- und Weinbau, Jahrgang 1927, durch Herrn Dr. Osterwalder geübte Kritik am Benzoatverfahren protestiert der Referent mit Nachdruck.

Dort werden Ergebnisse, die an ungefiltertem Saft ohne Einbrand ausschliesslich mit Natriumbenzoat erhalten wurden, dazu verwendet, das vom Vortragenden befürwortete Verfahren, das sich keines unzulässigen Kellerbehandlungsmittels bedient, herunterzumachen und als Schmiererei hinzustellen.

Dass die übrigen Verfahren zur Haltbarmachung von Obstsaft nicht absolut verlässlich sind, wird durch Beanstandungsfälle belegt. Nach dem Ergebnis einer Rundfrage bei den Verbandsmostereien sind mit dem Benzoatverfahren im Grossen nach gedruckter Anleitung der Versuchsanstalt grossmehrheitlich recht günstige Erfahrungen gemacht worden. Die überwiegende Zahl der Hersteller von alkoholfreiem Obstsaft nach irgend einem Verfahren hat sich für Erneuerung des Bundesratsbeschlusses vom letzten Herbst ausgesprochen.

Einer mehr zufälligen Beobachtung, wonach es durch Behandlung eines Benzoatsaftes mit hochaktiver Kohle «Notrit II» gelingt, das Konservierungsmittel stufenweise oder völlig zu entziehen, wird insofern eine Bedeutung zugemessen, als dadurch die Möglichkeit gegeben ist, ein allfälliges Kratzen statt wie bisan durch Verschnitt mit einem stummgebrannten Apfelsaft und gleichzeitig ev. vorhandene Geruchsdefekte zum Verschwinden zu bringen. In Gärung geratener Benzoatsaft kann durch diese Behandlung stichfrei durchgegoren und hernach der Brennerei zugeführt werden.

Der niedrigen Gestehungskosten wegen wird der Benzoatsaft einzig die Konkurrenz der in den letzten Jahren stark überhand genommenen alkoholfreien Kunstgetränke auszuhalten vermögen. Aus diesem Grunde muss auch der Deklarationszwang abgelehnt werden.

In der anschliessenden Kostprobe von Benzoatsäften verschiedener Jahrgänge (Apfel-, Birn- und gemischte Säfte) wurde gezeigt, dass es tatsächlich möglich ist, nach dem vorstehend beschriebenen Verfahren Benzoatsaft mit recht guter Ausrüstung und einwandfreier Beschaffenheit herzustellen. Die vorgeführten Proben illustrierten speziell die Bedeutung der Blankfiltration des Saftes sowie den Einfluss der Obstsorte und des Reifegrades.

Zusammenfassend kommt der Vortragende dazu, das von ihm ausgebaut Benzoatverfahren als gleichberechtigt mit den bereits bestehenden Verfahren der Haltbarmachung von Obstsaften für die Praxis zu empfehlen.

Nach dem Vortrag werden Kostproben von konservierten Obstsaften herungereicht.

Zum Schluss der Sitzung folgt das Referat von *A. Besson*-Winterthur:

Beitrag zur Beurteilung der Weinessige.

(In Zug wegen Abwesenheit des Referenten nur auszugsweise mitgeteilt.)

Gründe, welche mit der Begutachtung von Weinessigen zusammenhängen, veranlassten mich bereits vor 3 Jahren zusammen mit einem meiner Schüler, Herrn Richard Widmann aus Winterthur, eine Serie von Versuchen in einer Weinessigfabrik anzustellen, und zwar speziell unter Berücksichtigung des Weinsäureabbaus bei der Essigsäuregärung.

Es ist ja eine bekannte Tatsache, dass anlässlich der Weinessigfabrikation nicht nur die Umwandlung von Alkohol in Essigsäure vor sich geht, sondern es spielen sich noch andere Umsetzungsprozesse ab, zu denen eben auch der Abbau der Weinsäure zu zählen ist. Noch vor 3 Jahren wurde von dieser oder jener Seite die Ansicht vertreten, dass ein Weinessig mit nur wenig Weinsäure mit Obstweinessig verschnitten sein könne.

Die von mir durchgeführten praktischen Versuche zeigen nun, dass eine Schlussfolgerung, wie die eben erwähnte, nicht haltbar wäre.

Der Kürze wegen berücksichtige ich hier nur die für die Weinsäure erhaltenen Analysenresultate. Im ganzen wurden 3 Versuchsserien angestellt, von denen die zweite allerdings im Laufe des Versuchs infolge eines Missgeschickes nach 5 Tagen unterbrochen werden musste. Die beiden ersten Versuchsserien wurden im Gärraum der Fabrik selbst durchgeführt, die letzte Versuchsserie in meinem Laboratorium bei einer zwischen 30 und 35° C. schwankenden Temperatur.

Ein Weinessigansatz wird vor Zugabe der Reinkultur stets ungefähr so weit verdünnt, dass der Extraktgehalt des fertigen Produktes den gesetzlichen Anforderungen voll und ganz genügt.

Die von meinem Schüler und mir erhaltenen Ergebnisse sind folgende:

| | Versuchsserie Nr. 1 | 2 | 3 |
|----------------------------------|---------------------|------|------------------------|
| Sofort nach dem Impfen | 0,86 | 0,98 | 0,90 g Weinsäure i. L. |
| Am 3. Tag | 0,73 | 0,85 | 0,82 » » » |
| Am 5. Tag | 0,49 | 0,50 | 0,34 » » » |
| Am 7. Tag | 0,39 | — | 0,31 » » » |
| Am 9. Tag | 0,12 | — | 0,26 » » » |

Aus diesen Versuchen ergibt sich also ohne weiteres, dass der Weinsäureabbau sehr weit geht, und dass der Gehalt an Weinsäure folglich nicht als ein Kriterium dafür zu betrachten ist, ob es sich um einen reinen Weinessig oder um ein Gemisch von solchem mit Obstweinessig handelt.

Bei dieser Frage angelangt dürfte es angezeigt sein, auf die Analysen-Quarzlampe hinzuweisen, welche nach den Veröffentlichungen von Prof. Reich, Klosterneuburg, und Dr. Litterscheid, Hamm, sehr wohl gewisse Anhaltspunkte in dieser Frage gibt. Leichter ist es zwar zweifellos Weinessig in Obstweinessig nachzuweisen, als umgekehrt, gelingt dies doch glatt bei 2%, während im umgekehrten Falle ein 10%iger Zusatz nachweisbar sein soll.

Damit ist die Traktandenliste erschöpft, und der Präsident schliesst mit besten Wünschen für glückliche Heimkehr die Tagung.

Der Sekretär: Müller.