

bei Zimmertemperatur (20°) oder im Eisschrank (+4°) oder im schmelzenden Eis (0°) 1—2 Stdn. aufbewahrt, sodann mit 2-n. Schwefelsäure angesäuert und schließlich mit genau 0.05-n. Thiosulfat zurücktitriert.

In der Tafel geben wir die Anzahl Atome Jod an, die von der Substanz verbraucht wurden. Bei Anwendung von 0.05-n. Lösungen errechnet sie sich folgendermaßen:

$$\text{Einwaage (mg) : Mol.-Gew.} = \frac{\text{ccm verbr. Jodlsg.}}{20} : x$$

Aus den zahlreichen von uns durchgeführten Bestimmungen greifen wir in jedem Falle nur einige typische heraus, die gleichzeitig die größten möglichen Fehlergrenzen anzeigen.

Die Oxydationen des Brenzcatechins, des Hydrochinons und des Chinhydrons wurden mit 0.1-n. Jod ausgeführt, die des Natriumsalzes der Naphthochinon-(1.2)-sulfonsäure-(4) und des Adrenalins mit 0.05-n. Jod, die des Tyrosins mit 0.01-n. Jod. Die Rücktitration erfolgte stets mittels 0.05-n. Thiosulfats.

Die Werte für das Adrenalin liegen durchschnittlich um 4% über dem erwarteten von 10 Atomen. Stellt man diesen empirisch ermittelten Faktor jedoch in Rechnung, so liegen die gefundenen Werte innerhalb einer Fehlergrenze von 2%.

In ausführlicherer Form werden diese Ergebnisse in den „Memorias do Instituto Butantan, Tomo XII, 1938“ veröffentlicht werden.

272. Karl Heinrich Slotta und Klaus Neißer: Zur Chemie des Kaffees, I. Mittell.: Eine neue Methode zur Bestimmung der Chlorogensäure.

[Aus d. Forschungsabteil. d. Kaffee-Institutes São Paulo, Brasilien, Instituto Butantan.]
(Eingegangen am 8. Juni 1938.)

Einer der Inhaltsstoffe der Kaffeebohne, der sowohl physiologisch¹⁾ als auch für eine technische Verwertung des Kaffee-Überschusses²⁾ von größter Bedeutung ist, ist die Chlorogensäure, $(\text{HO})_2\text{C}_6\text{H}_3 \cdot \text{CH} : \text{CH} \cdot \text{CO} \cdot \text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_7(\text{OH})_3 \cdot \text{CO}_2\text{H}$. Sie macht nach den Literaturangaben³⁾ 4—8% des Kaffees aus und dürfte wegen ihres adstringierenden Geschmacks Einfluß auf den Geschmack des Kaffees überhaupt haben.

Als wir nach einer einfachen und zuverlässigen analytischen Bestimmungsmethode für Chlorogensäure suchten, stellten wir leider bald fest, daß „die quantitative Ermittlung dieser Säure...bisher in wirklich befriedigender Weise noch nicht gelöst“ ist⁴⁾. Für die beabsichtigte Durchführung von Reihenanalysen schieden die meisten der älteren Methoden⁵⁾ von vornherein aus, da ihre Ausführung zu viel Zeit beanspruchte. Gegen das colorimetrische Verfahren von W. Hoepfner⁶⁾ sind in neuerer Zeit so vielerlei Einwände

¹⁾ s. u. a. H. Seel, Med. Welt **1935**, Nr. 40; J. R. Valle, Mem. Inst. Butantan **11**, 83 [1937].

²⁾ K. H. Slotta, Kl. Neißer u. A. Cardeal, Mem. Inst. Butantan **11**, 61 [1937].

³⁾ Lit. s. Handb. d. Lebensmittelchem. VI, S. 11.

⁴⁾ Handb. d. Lebensmittelchem. VI, S. 41.

⁵⁾ Lit. s. Handb. d. Lebensmittelchem. VI, S. 41.

⁶⁾ Chem.-Ztg. **56**, 991 [1932].

erhoben worden⁷⁾ daß es für unsere Zwecke ebenfalls ungeeignet schien, dies um so mehr, als wir ein Verfahren brauchten, das auch bei Röstkaffee gute Resultate liefert.

Wir haben deshalb nach einer neuen Methode zur Bestimmung der Chlorogensäure in Rohkaffee, Röstkaffee und Kaffeegetränk gesucht und schließlich dieses Problem auch vollständig lösen können. Unsere Aufgabe gliederte sich in drei Teilprobleme: 1) Wie extrahiert man die Chlorogensäure vollständig und möglichst schnell aus dem Kaffee? 2) Wie stellt man aus den so erhaltenen Extrakten möglichst reine, zur analytischen Bestimmung verwendbare Endlösungen her? 3) Wie führt man die Bestimmung in den so erhaltenen Endlösungen am schnellsten und sichersten durch?

Die erste der genannten Schwierigkeiten, d. h. die Extraktion der Chlorogensäure, läßt sich verhältnismäßig leicht überwinden, wenn man eine genügend empfindliche Bestimmungsmethode für die Chlorogensäure hat. Dann braucht man nämlich nur von 2 g Kaffee auszugehen, die sich verhältnismäßig schnell restlos extrahieren lassen. In der Praxis verwendet man dazu kleine Leinwandsäckchen, die man mit dem entfetteten und von Coffein befreiten Kaffee füllt und eine Stunde in einem nicht zu kleinen Soxhlet-Apparat mit Wasser extrahiert. Das Ende der Extraktion wird durch den negativen Ausfall der Reaktion nach Hoepfner⁸⁾ erkannt. Alle anderen Extraktionsmittel, die teilweise im älteren Schrifttum genannt werden, wie Natriumchlorid-Lösung, wäßr. Alkohol, ferner verd. Aceton, verd. Methanol usw. bieten gegenüber reinem Wasser keinerlei Vorteile.

Aus diesen Extrakten muß eine zur Bestimmung geeignete Lösung hergestellt werden, die die Chlorogensäure vollständig, aber möglichst frei von anderen Substanzen enthält. Wir bedienten uns dazu der altbewährten Methode⁹⁾, die Chlorogensäure mittels Bleiacetats als Bleisalz zu fällen. Die Filtration des Niederschlages ist selbst bei den von uns verwandten geringen Mengen langwierig, deshalb trennten wir die Lösung vom Niederschlag durch Zentrifugieren. Dreimaliges kurzes Nachwaschen (unter Zentrifugieren) befreit den Niederschlag soweit wie möglich von wasserlöslichen Anteilen. Die Lösung und die Waschwässer werden vereinigt und dienen zur Bestimmung des Trigonellins und der Zucker, worüber in einer folgenden Arbeit berichtet werden wird. — Der Niederschlag wird nun in Wasser suspendiert und in der Hitze mit Schwefelwasserstoff gefällt; nur so gelingt seine vollständige Zerlegung in verhältnismäßig kurzer Zeit. Das Filtrieren und das sehr mühevollen Auswaschen des Bleisulfid-Niederschlages wird vermieden, indem man Lösung samt Niederschlag in einen Meßkolben überführt, zur Marke auffüllt, filtriert und in einem aliquoten Teil die weitere Bestimmung vornimmt.

Die so erhaltene Lösung ist bei Rohkaffee ganz schwach gelblich gefärbt, bei Röstkaffee und Kaffeegetränk ist sie dunkelgelb bis hellbraun. Außer Chlorogensäure enthält sie noch eine Reihe von Säuren, unter denen wir Essigsäure und Kaffeesäure nachweisen konnten. Der Anwesenheit dieser Säuren in der Endlösung ist in allen früheren Verfahren nicht genügend Beachtung geschenkt worden. Während die Kaffeesäure im Kaffee selbst vorliegt, ist die Essigsäure erst im Laufe der Bestimmung hineingebracht

⁷⁾ W. Plücker u. W. Keilholz, *Angew. Chem.* **47**, 460 [1934]; *Ztschr. Unters. Lebensmittel* **68**, 97 [1934].

worden: wir stellten fest, daß es fast unmöglich ist, die Bleifällung auch durch noch so häufiges Auswaschen völlig von anhaftendem Bleiacetat zu befreien.

Weder durch potentiometrische Titration noch durch polarimetrische Bestimmung läßt sich die Chlorogensäure neben den anderen Säuren in diesen sehr verdünnten Lösungen genügend genau erfassen.

Hier half schließlich ein grundsätzlich neues analytisches Verfahren. Wie wir in der vorangehenden Mitteilung berichtet haben^{*)}, kann man sämtliche *o*-Diphenole mit Hypojodit quantitativ oxydieren und diese Reaktion zu einer überaus empfindlichen Bestimmungsmethode für solche Substanzen verwerten. Wie danach vorauszusehen war, reagiert die Chlorogensäure in alkalischer Lösung mit genau 10 Atomen Jod. Wir konnten beweisen, daß die Oxydation solcher Substanzen am Benzolring angreift und daß die Seitenkette nur in Ausnahmefällen ebenfalls mit Hypojodit reagiert. Es war deshalb nicht verwunderlich, daß ebenso wie die Chlorogensäure auch die Kaffeesäure, $(\text{HO})_2\text{C}_6\text{H}_3\text{CH}:\text{CH}.\text{CO}_2\text{H}$, mit genau 10 Atomen Jod reagierte. In unserer durch Bleifällung erhaltenen Endlösung würde sie also die Bestimmung stören. Sie läßt sich jedoch leicht aus dem Gemisch entfernen, da von den beiden Säuren lediglich die Kaffeesäure ätherlöslich ist. In der dann erhaltenen Lösung läßt sich die Chlorogensäure nach unserem neuen Verfahren mit großer Genauigkeit bestimmen.

Die Reaktion von reiner Chlorogensäure mit überschüssigem Jod in alkalischer Lösung geht nicht augenblicklich vor sich, sondern kommt erst nach etwa einer halben Stde. zum Ende (Versuch 1). Man wartet also zweckmäßig nach Zugabe von Jod und Alkali ungefähr 1 Stde., bevor man ansäuert und mit Thiosulfat den Jodüberschuß zurücktitriert. Während dieser Zeit empfiehlt es sich, wie bei allen Reaktionen mit Hypojodit, die Lösung im Dunkeln stehen zu lassen. Nach dem Ansäuern muß man, um Jodverluste zu vermeiden, sofort die Titration anschließen, deren Endpunkt sich wie üblich nach Zusatz von Stärke aufs schärfste erkennen läßt. Von besonderer Bedeutung war es für uns, daß der Endpunkt der Titration sich auch in den recht stark gefärbten Endlösungen aus Röstkaffee oder Kaffeegetränk ebenso scharf erkennen läßt wie in den aus Rohkaffee hergestellten Lösungen oder in den Lösungen reiner Chlorogensäure.

Während auch ein noch so großer Überschuß an Jod bzw. Hypojodit die Genauigkeit der Bestimmung nicht beeinflusst (Versuch 2), muß man es vermeiden, einen zu kleinen Überschuß an Jodlösung zu verwenden, da dann die Reaktion nicht bis zu Ende geht.

Diese neue Titration der Chlorogensäure ist außerordentlich empfindlich, da 1 Mol. Säure 10 Atome Jod verbraucht und die Jod-Titration mit Thiosulfat zu den genauesten analytischen Methoden gehört. So können bei Verwendung von 0.05-*n*. Titerlösungen noch Mengen von nur 10 mg Chlorogensäure mit großer Genauigkeit bestimmt werden (Versuch 3b). Günstiger ist es natürlich, etwa 20–30 mg Chlorogensäure zu titrieren, die in rund 0.5 g eines durchschnittlichen Kaffees enthalten sind. Wir gehen bei unseren Analysen zweckmäßigerweise von der vierfachen Menge aus, um auf quantitative Filtrationen nicht warten zu müssen und um jederzeit eine Kontrollbestimmung durchführen zu können.

^{*)} K. H. Slotta u. Kl. Neißer, B. 71, 1611 [1938].

Während die Titration der Chlorogensäure wie auch der Kaffeesäure mit einem sehr kleinen Fehler behaftet ist (Versuch 3a), ist die Trennung dieser beiden Säuren durch Äther-Extraktion natürlich nicht ganz so genau (Versuch 5). Der verwandte Äther muß vollständig frei von Peroxyden sein; diese lassen sich nämlich nach der Extraktion nicht mehr aus der wäßr. Schicht entfernen und verursachen einen viel zu hohen Jodverbrauch (Versuch 4). Aber auch unter Einhaltung dieser Vorsichtsmaßregel liegen die für Chlorogensäure in Kontrollversuchen erhaltenen Werte etwas zu hoch. Für den von uns angestrebten serienmäßigen Vergleich verschiedener Kaffeesorten ist diese geringe Abweichung jedoch unerheblich, da sie ja bei allen Analysen in gleicher Weise in Erscheinung tritt.

Man kann nun auch noch im gleichen Analysengang und mit der gleichen Methode die Kaffeesäure bestimmen. Zu diesem Zweck entnimmt man der Lösung vor der Äther-Extraktion einen aliquoten Teil und titriert in ihm mit Jod die Summe aus Chlorogensäure und Kaffeesäure. Nach der Äther-Extraktion wird die Chlorogensäure allein bestimmt und aus der Differenz der Gehalt an Kaffeesäure berechnet. Die Genauigkeit der Methode ist natürlich nicht so groß wie die der Chlorogensäure-Bestimmung. Immerhin kann man noch mit Sicherheit zwischen z. B. 0.5 und 0.6% Kaffeesäure unterscheiden; da der Gehalt des Kaffees an Kaffeesäure gewöhnlich in dieser Größenordnung liegt, ist die neue Methode vollständig ausreichend genau.

Wie außerordentlich notwendig die Ausarbeitung einer wirklich zuverlässigen und einfach zu handhabenden Methode zur Bestimmung der Chlorogensäure war, ergibt sich aus den inzwischen an einer großen Anzahl von Kaffeeproben gesammelten Erfahrungen, über die wir demnächst berichten werden. Sie zeigen, daß sämtliche bisher bekannten Methoden zur Bestimmung der Chlorogensäure im Rohkaffee und insbesondere im Röstkaffee falsche Ergebnisse geliefert haben.

Die Methode hat in unserem Laboratorium in der Hand von wenig geschulten Hilfskräften bei Hunderten von Analysen ausgezeichnete Dienste getan.

Beschreibung der Versuche.

Versuch 1: Abhängigkeit des Jodverbrauchs von der Zeit.

a) In jedem Versuch 10.75 mg Kaffeesäure, 20 ccm 0.05-n. Jod vom $f=0.771$ und 1 ccm 2-n. Alkalihydroxyd. Nach verschiedenen Zeiten mit verd. Schwefelsäure angesäuert und mit genau 0.05-n. Thiosulfat zurücktitriert.

Zeit (Minuten)	3	6	10	15	30
Atome Jod pro Mol. Kaffeesäure	7.90	8.55	9.25	9.30	9.50

Die angewendete Kaffeesäure enthielt etwa 5% Wasser, deshalb wurde der theoretische Wert von 10.0 Atomen Jod auch nach längeren Zeiten nicht ganz erreicht.

b) In jedem Versuch 40.0 mg Kalium-coffein-chlorogenat, 20 ccm 0.05-n. Jod vom $f=1.015$ und 1 ccm Alkali. Nach verschiedenen Zeiten angesäuert und titriert.

Zeit (Minuten)	10	20	30	45	60
Atome Jod pro Mol. Kalium-coffein-chlorogenat	8.92	9.64	9.65	10.08	9.82

c) In jedem Versuch 21.3 mg Chlorogensäure, 20 ccm 0.05-*n.* Jod vom $f = 0.771$ und 1 ccm Alkali. Nach verschiedenen Zeiten angesäuert und titriert.

Zeit (Minuten)	0	5	10	20
Atome Jod pro Mol. Chlorogensäure	6.60	8.90	9.20	9.50

Versuch 2: Unabhängigkeit des Jodverbrauchs vom Jodüberschuß.

In jedem Versuch 21.3 mg Chlorogensäure, die mit steigenden Mengen Jod und Alkali behandelt und jeweils nach 20 Min. angesäuert und titriert wurden.

ccm 0.05- <i>n.</i> Jod	20	30	40
Atome Jod pro Mol. Chlorogensäure	9.50	9.50	10.15

Versuch 3:

a) Kontrollanalysen.

Angewandt ..	31.2 mg.	10.7 mg.	15.4 mg.
Gefunden ...	29.9 mg.	12.1 mg.	15.0 mg.

b) Analyse einer kleinen Menge.

Angewandt 8.5 mg, gefunden 8.0 mg.

Versuch 4: Einfluß des zur Extraktion verwendeten Äthers auf den Jodverbrauch in der Wasserschicht.

Wasser wurde mit gewöhnlichem Äther geschüttelt, dann wurde getrennt und aus dem Wasser der Äther durch kräftiges Lüften vollständig vertrieben. Bei der anschließenden Titration mit Jod in alkalischer Lösung wurden etwa 2 ccm 0.05-*n.* Jod verbraucht. Der Versuch wurde mit von Peroxyden befreitem und sorgfältig destilliertem Äther wiederholt. Verbrauch 0.37 ccm 0.05-*n.* Jod.

Versuch 5: Trennung von Chlorogen- und Kaffeesäure.

19.2 mg Chlorogensäure und 7.0 mg Kaffeesäure in wäßr. Lösung wurden 4 Stdn. mit peroxydfreiem Äther im Apparat extrahiert. Die Titration in der Wasserschicht ergab 21.5 mg Chlorogensäure. In einem analogen Versuch wurden statt der gegebenen 20.0 mg Chlorogensäure 22.2 mg gefunden. Der aus der Differenz der Titrationen vor und nach der Äther-Extraktion für Kaffeesäure berechnete Wert war 5.8 mg, während die Einwaage 6.0 mg betragen hatte.

Ausführung der Bestimmung von Chlorogensäure im Rohkaffee (A), Röstkaffee (B) und Kaffeegetränk (C).

1) A und B. In einer Probe von 10 g wird die Feuchtigkeit bestimmt.

2) A. 10 g möglichst klein zerschlager Kaffee werden mit Petroläther und anschließend mit Chloroform extrahiert und der so entfettete und von Coffein befreite Kaffee nach dem Trocknen gewogen.

3) A. Genau ein Fünftel des so vorbehandelten Kaffees, entsprechend 2.0 g Rohkaffee, wird in ein kleines Leinwandsäckchen eingewogen.

B. Genau 2.0 g Röstkaffee werden in das Leinwandsäckchen eingewogen.

A und B. Man gibt das Leinwandsäckchen in einen Soxhlet-Apparat von mindestens 500 ccm Koch-Inhalt, in dem sich 100 ccm Wasser befinden, und extrahiert lebhaft eine Stunde. Dann drückt man die noch im Säckchen enthaltende Flüssigkeit in ein Reagensglas aus und stellt die Hoepfnersche Reaktion an:

Die Lösung wird mit Essigsäure schwach angesäuert, dann gibt man einige Tropfen Natriumnitritlösung zu und macht sofort mit Natronlauge alkalisch. Eine rote Farbe zeigt die Anwesenheit von Chlorogensäure an.

Ist die Extraktion vollständig gewesen, so fällt die Farbreaktion negativ aus. Andernfalls muß weiter extrahiert werden.

Nach dem Abkühlen gibt man die Lösung in ein Zentrifugenglas und fällt sie unter gutem Umrühren mit 2 ccm einer gesättigten Lösung von Bleiacetat. Man zentrifugiert, bis sich der Niederschlag abgesetzt hat und die überstehende Lösung vollständig klar ist, wozu im allgemeinen 10 Min. ausreichen, dekantiert und bewahrt die Lösung auf. Der Niederschlag wird mit wenig Wasser verrührt und erneut zentrifugiert; das Waschwasser gibt man zur ersten Lösung. Man wiederholt dieses Auswaschen noch zweimal und gibt jeweils die Waschwässer zur ersten Lösung. Nach der ersten Zentrifugierung überzeugt man sich davon, daß auf Zusatz von Bleiacetat zur Lösung kein neuer Niederschlag mehr entsteht. Lösung und Waschflüssigkeiten werden für die Bestimmung des Trigonellins aufbewahrt.

Der Niederschlag wird quantitativ mit möglichst wenig Wasser in ein Becherglas gespült, zum Sieden erhitzt und eine halbe Stunde mit einem nicht zu langsamen Strom von Schwefelwasserstoff behandelt. Während der ganzen Zeit muß die Lösung im Kochen bleiben; es empfiehlt sich, die gröberen Teile des Niederschlages während des Einleitens mit einem Glasstab zu zerdrücken. Obwohl man bei Rohkaffee schon nach höchstens 10 Min. nichts mehr von dem ursprünglich gelben Niederschlag sieht, muß man das Kochen und Einleiten noch mindestens weitere 20 Min. fortsetzen. Dann stellt man den Gasmstrom ab und kocht noch einige Minuten, um den überschüssigen Schwefelwasserstoff zu vertreiben.

Die noch heiße Lösung wird samt dem Niederschlag von Bleisulfid quantitativ in einen Meßkolben von 100 ccm übergeführt. Man wäscht das Becherglas gründlich aus, gibt die Waschwässer ebenfalls in den Meßkolben und füllt, nachdem sich dieser auf Zimmertemperatur abgekühlt hat, zur Marke auf. (Sollte sich dabei im Hals des Meßkolbens etwas Schaum bilden, so läßt er sich leicht durch Zugabe von einem Tropfen — nicht mehr! — Alkohol zerstören.) Nun wird gut durchgeschüttelt und durch ein Faltenfilter filtriert. Das Filtrat muß vollständig klar sein. Man überzeugt sich von der Abwesenheit von Blei im Filtrat, indem man Schwefelwasserstoff in eine kleine Probe einleitet. Wird die Probe trübe, oder tritt sogar ein Niederschlag auf, so muß der auf dem Filter befindliche Niederschlag von Bleisulfid mindestens zehnmal mit heißem Wasser ausgewaschen werden; dann wird das Filtrat zusammen mit den Waschwässern neuerlich in der oben beschriebenen Weise mit Schwefelwasserstoff behandelt. Von der so erhaltenen Lösung nimmt man genau 25 ccm zur Titration der Chlorogensäure + Kaffeesäure:

Zu der Lösung fügt man bei Rohkaffee 30 ccm und bei Röstkaffee 25 ccm 0.05-n. Jod und anschließend unter gutem Schütteln ungefähr 30 Tropfen 2-n. NaOH. Man bedeckt das Gefäß mit einem Uhrglas und läßt es 1 Stde. im Dunkeln stehen. Dann wird mit ungefähr 2.5 ccm 2-n. Schwefelsäure angesäuert und unter gutem Schütteln mit 0.05-n. Thiosulfat titriert, wobei man gegen Ende einige Tropfen einer 1-proz. Stärkelösung zusetzt.

Berechnung: Man multipliziert den Faktor der Jodlösung mit 30 bzw. 25 und zieht von diesem Wert die Anzahl der verbrauchten ccm 0.05-n. Thiosulfat ab. Der erhaltene Wert entspricht dem Verbrauch der Chlorogen- + Kaffeesäure an 0.05-n. Jod.

Weitere 50 ccm des Filtrats werden in einem Flüssigkeits-Extraktor während 4 Stdn. mit peroxydfreiem, destilliertem Äther extrahiert. Dann gibt man die wäßr.

Schicht zusammen mit den Waschwässern in eine Jenaer Saugflasche, führt eine Capillare ein und vertreibt den Äther im Vakuum, wobei man zweckmäßig zum Schluß die Saugflasche einige Augenblicke im kochenden Wasserbad erwärmt. Man läßt abkühlen, gibt die Lösung samt den Waschwässern in einen 100-ccm-Meßkolben und füllt zur Marke auf. Von dieser Lösung werden 50 ccm zur Titration der Chlorogensäure verwandt.

Die Titration wird in der oben beschriebenen Weise durchgeführt, man benützt jedoch nur 25 bzw. 20 ccm 0.05-n. Jod.

Berechnung: Genau wie oben erhält man die Anzahl ccm 0.05-n. Jod, die von der Chlorogensäure verbraucht wurde. Multipliziert man diese Zahl mit 1.77, so erhält man die Menge Chlorogensäure in mg. Da diese Menge 0.5 g Kaffee entspricht, muß man noch mit 0.2 multiplizieren, um den prozentualen Gehalt an Chlorogensäure zu ermitteln. Um schließlich das Ergebnis auf Trockenkaffee zu beziehen, dividiert man durch $(100 - \% \text{ Feuchtigkeit})$.

Beispiel: Es wurden 25 ccm Jodlösung vom Faktor $f = 1.015$ zugegeben, dies entspricht 25.37 ccm genau 0.05-n. Jod. Der Verbrauch an genau 0.05-n. Thiosulfat betrug 9.32 ccm. Die Chlorogensäure verbrauchte also $25.37 - 9.32 = 16.05$ ccm. Multipliziert man dies mit 1.77, so erhält man den Wert 28.4 mg für die in 0.5 g Kaffee enthaltene Chlorogensäure. Dies entspricht 5.68 %. Wenn der Kaffee 11.2 % Feuchtigkeit enthielt, so muß man noch durch $100 - 11.2 = 88.8$ dividieren und erhält so: 6.40 % Chlorogensäure im Trockenkaffee.

C. Die Bestimmung im Kaffeegetränk wird so ausgeführt, daß man eine mit der Pipette genau abgemessene Menge Getränk mit Bleiacetat fällt und dann in der oben für Roh- und Röstkaffee beschriebenen Weise fortfährt. Die zur Bestimmung notwendige Menge Getränk hängt natürlich von der Menge Chlorogensäure ab, die man zu erwarten hat, d. h. also von der Konzentration des Getränkes. Von einem auf brasilianische Weise zubereiteten Getränk verwendet man am günstigsten 10 ccm, bei den in Europa üblichen schwächeren Getränken 25 oder 50 ccm; sie sollen im Durchschnitt etwa 100 mg Chlorogensäure enthalten, so daß man in der Endlösung 25 mg zu titrieren hat, was einem Verbrauch von 14 ccm 0.05-n. Jod entspricht. — Die Extraktion des Fettes und des Coffeins ist beim Kaffeegetränk überflüssig.

4) A, B und C. Berechnung der Kaffeesäure.

Bei der Bestimmung der Chlorogensäure erhält man zunächst den Jodverbrauch von Chlorogen- + Kaffeesäure und bei der folgenden Titration den Jodverbrauch der Chlorogensäure allein. Multipliziert man die Differenz mit 0.9, so erhält man den Wert für Kaffeesäure in mg, der, mit 0.2 multipliziert, den prozentualen Gehalt des Kaffees an Kaffeesäure liefert. Um auf Trockenkaffee zu beziehen, muß wie oben die Feuchtigkeit berücksichtigt werden.

Beispiel: Der Jodverbrauch für Chlorogen- + Kaffeesäure betrug 20.54 ccm, derjenige für die Chlorogensäure allein (nach der Äther-Extraktion) betrug 16.48 ccm. Die Differenz 4.06, mit 0.9 multipliziert, ergibt 3.65 mg Kaffeesäure = 0.73 %. Enthielt der Kaffee 11.2 % Feuchtigkeit, so wird noch durch 88.8 dividiert. Das Ergebnis ist: 0.82 % Kaffeesäure im Trockenkaffee.

In ausführlicherer Form werden diese Ergebnisse in den „Memorias do Instituto Butantan, Tomo XII, 1938“ veröffentlicht werden.