Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 9 (1918)

Heft: 1

**Artikel:** Dosage de la caféïne dans les cafés

**Autor:** Vautier, E. / Schaffer, F.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-984324

## Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

### Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

**Download PDF: 21.10.2025** 

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Bei Wässerungen unter 20 % genügen die einfachen Formeln:

$$W = \frac{s_1 - s}{s - 1} \cdot 100$$
  $W = \frac{R_1 - R}{R - 15} \cdot 100$ 

dabei bedeutet:

s<sub>1</sub> = Spezifisches Gewicht des Serums der Stallprobe;

s = Spezifisches Gewicht des Serums der gewässerten Probe;

R<sub>1</sub> = Refraktionszahl der Stallprobe;

R = Refraktionszahl der gewässerten Probe.

Bei stärkeren Wässerungen hat man den Wasserzusatz nach folgenden Formeln zu ermitteln:

$$W = \frac{s_1 - s}{s - 1,0011} (100 - V) \qquad W = \frac{R_1 - R}{R - 15,8} (100 - V)$$

$$V = 1.1 F + 0.7 [T - F - 240 (s_1 - 1)]$$

dabei bedeutet:

T = Trockensubstanz der Stallprobe;

F = Fettgehalt der Stallprobe.

In diesen Formeln ist das Volumen des Koagulums V und der Einfluss des Chlorcalcium-Zusatzes berücksichtigt.

2. Die Wiegner'sche Formel zur Berechnung des spezifischen Gewichtes aus den Refraktionszahlen gibt bei stark gewässerten Proben zu hohe Werte. Auch bei ungewässerten Proben kann die Differenz zwischen berechnetem und gefundenem spezifischen Gewicht bei abnormem Aschengehalt des Serums ganz beträchtlich werden.

# Dosage de la caféine dans les cafés.

Par E. VAUTIER.

(Travail éxécuté au laboratoire du Service suisse de l'hygiène publique, Chef F. Schaffer.)

Ayant entrepris de déterminer la teneur en caféïne dans des cafés dits «sans caféïne» nous nous sommes heurté au bout de peu de temps à une grande difficulté provenant du manque actuel presque absolu de chloroforme. Il nous a donc paru qu'il serait utile, surtout pendant ces temps, de posséder un procédé permettant d'opérer sans chloroforme. Les méthodes les plus couramment employées sont toutes basées sur le principe de la dissolution de la caféïne, laquelle est très soluble dans le chloroforme (de même que dans le tétrachlorure de carbone d'après Lendrich et Nottbohm), puis de la séparation de cet alcaloïde d'avec les graisses et huiles.

Rappelons rapidement ces procédés:

D'après Keller-Siedler (méthode qui figurait dans la deuxième édition française de manuel suisse des denrées alimentaires, à la page 164) on dégraisse premièrement le café avec un peu d'éther de pétrole, puis après l'avoir humecté avec un peu d'ammoniaque on l'extrait par agitation avec du chloroforme; après distillation du dissolvant et épuration par l'eau chaude, on pèse finalement la caféïne. Le produit ainsi obtenu (caféïne brute) contenant toujours diverses impuretés, il est recommandé de procéder au dosage de l'azote puis d'en calculer la caféïne.

Lendrich-Nottbohm 1) opèrent comme suit: 20 g de café finement moulu et passé au tamis sont placés dans un récipient avec 10 cm d'eau et extraits avec du tétrachlorure de carbone pendant 3 heures; après distillation du dissolvant, la caféïne est séparée par l'eau, puis les impuretés sont oxydées au moyen d'une solution de permanganate de potassium à 1%; après 1/4 d'heure d'action le manganèse est précipité sous forme de bioxyde par une solution à 3% d'eau oxygénée contenant 1% d'acide acétique. On filtre, lave à chaud et après dessication à 100° pèse la caféïne.

Philippe dans sa méthode (indiquée dans la 3<sup>me</sup> édition allemande du manuel suisse des denrées alimentaires pages 192 et suiv.) extrait aussi le café par le chloroforme après l'avoir imbibé d'ammoniaque; mais la principale différence de sa méthode d'avec les autres, réside dans la sublimation de la caféïne brute. En passant, nous dirons que nous avons trouvé que cette modification pourrait avantageusement remplacer le dosage de l'azote dans le procédé Keller; mais comme le remarque Philippe<sup>2</sup>), la méthode Keller ne présente aucun avantage sur les autres, et de plus elle est entachée de plusieurs sources d'erreurs, telle que le dégraissage par l'éther de pétrole, pour ne citer que celle-ci. Dans leur travail Lendrich-Nottbohm mentionnent plus de vingt méthodes dont la très grande mojorité est basée sur l'extraction par le chloroforme.<sup>3</sup>)

Comme nous l'avons fait remarquer au commencement, le chloroforme est, en plus de son prix très élevé, actuellement presque introuvable; nous avons donc dû rechercher un dissolvant capable de retenir entièrement la caféïne sans se charger par trop des autres substances extractives; après divers essais, entr'autres avec l'eau et avec l'alcool etc., nous avons obtenu

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>) Z. U. N. G., 1909, p. 241.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Trav. de chim. alim. et l'Hyg., 1916, p. 40.

<sup>3)</sup> Seul en 1865 Claus extrait au moyen de l'éther les feuilles de thé enveloppées dans un linge; il purifie ensuite avec de la magnésie, puis reprend le résidu, mélangé à du sable, de nouveau par l'éther; son collaborateur Iwanow procède de même après avoir humecté les feuilles avec une solution très diluée de soude caustique. De très grandes quantités d'éther sont nécessaires à la première extraction (environ 1 L. pour 12 g de thé), du reste cette méthode, qui est tout à fait abandonnée, ne paraît pas donner des résultats satisfaisants. (Voir Zeitschr. f. analyt. Chem., 1865, p. 205 et suiv.) Nous avons tenu à mentionner cette méthode, qui présente certainement un intérêt historique; du reste nous n'en avons eu connaissance que tout à la fin de notre travail et n'avons, par conséquent, en aucune sorte été influencé par elle.

de très bons résultats en nous servant de l'éther, quoique la faible solubilité de la caféïne dans ce dissolvant puisse le faire paraître à première vue comme non indiqué.

Voici comment nous avons opéré:

5 g de café très finement moulu sont introduits dans un cartouche de papier (cartouche à extraction de Schleicher et Schüll), que l'on peut très facilement remplacer par du papier à filtrer ordinaire enroulé et fermé avec de l'ouate, aux deux extrémités; on le place alors dans un extracteur de Soxhlet avec env. 5 cm<sup>8</sup> d'ammoniaque et après avoir ajouté l'éther, extrait pendant 4 heures; pour des cafés «sans caféine» 3 heures suffisent amplement. Après ce temps on peut être certain que toute la caféïne a passé dans le dissolvant. On distille au bain-marie l'éther chargé d'ammoniaque qui servira à un autre dosage, et sépare la caféïne des graisses, en traitant le résidu par l'eau bouillante; on filtre directement dans une capsule plate, au travers d'un filtre à plis mouillé, lave avec de l'eau très chaude jusqu'à obtention d'environ 100 à 150 cm³ et évapore à sec. Par l'évaporation complète de l'eau, la plus grand partie des impuretés entrâinées deviennent insolubles (il est à remarquer ici que la caféïne n'est point volatile avec la vapeur d'eau). On reprend alors ce résidu avec un peu d'eau bouillante et filtre par un petit filtre lisse directement dans la petite capsule de verre, qui servira à la sublimation, opération que l'on fera dès que le filtrat (qui avec l'eau de lavage est d'environ 30 à 50 cm³) aura été évaporé à sec au bain-marie.

Le verre de montre qui aura reçu la caféïne sublimée sera placé dans l'étuve à 100° pendant environ 20—30 minutes, le produit de la sublimation n'étant pas aussi sec que celui obtenu par la méthode *Philippe*, puisque l'on a comme caféïne brute un produit cristallisé dans l'eau, donc hydraté et contenant encore plus ou moins d'humidité; on pèse, après refroidissement dans l'exsiccateur pendant environ 10 minutes; on repèse le verre après en avoir éliminé la caféïne: la différence indique le poids de la caféïne anhydre.

Comme on le voit d'après les chiffres ci-dessous nous avons obtenu par notre méthode des chiffres extrêmement rapprochés de ceux qui nous ont été livrés par celle de *Philippe*, et l'extraction à l'éther peut tout aussi bien s'appliquer à des cafés « sans caféïne » qu'à des cafés ordinaires.

Le principal but du présent travail était primitivement d'établir dans quelles limites se trouvaient les teneurs en caféïne de café soi-disants « sans caféïne ». Comme on le voit par le peu de chiffres cités ci-dessous, le café « Hag », le seul que nous avons trouvé dans le commerce ces derniers temps, aurait une teneur variant entre 0,12 et 0,18 %. Nous ne considérons donc pas notre tâche comme terminée, mais espérons plustôt pouvoir revenir, dans la suite, sur ce sujet; cependant nous avons pensé qu'il pouvait être utile de faire connaître une méthode permettant d'opérer sans chloroforme, méthode qui espérons-nous sera capable de rendre des services actuellement et peut-être aussi dans la suite.

Nous donnons ci-dessous les résultats que nous avons obtenus, soit par l'extraction à l'éther, soit par le chloroforme, avec sublimation.

<b>Café</b> Désignation	Caféïne % D'après Philippe avec sublimation	Extraction à l'éther avec sublimation
AZA, dit «café sans sub- stances toxiques végé- tales»	{ 1,11 1,10	1,11 1,10
CAFÉ ORDINAIRE	{ 1,19 . 1,16	1,16 1,14
CAFÉ MOULU	{ 1,30 } 1,26	1,32 $1,32$
CAFÉ HAG No. 1, sans caféïne (Berne)	\begin{cases} 0,17 \\ 0,16 \end{cases}	0,18 0,16
CAFÉ HAG No. 2, (Lausanne)	{ - 1)	0,13 0,13
CAFÉ HAG No. 3, garanti environ 0,1 %	$ \begin{cases} 0,15 \\ 0,15 \end{cases} $	0,12 0,12

# Zu den Bemerkungen von J. Thöni zu meiner Arbeit<sup>2)</sup>: « Zur Methodik des Nachweises von Bact. coli im Wasser, unter spezieller Berücksichtigung der im Schweizerischen Lebensmittelbuch aufgenommenen Verfahren. »

Von Dr. LEO MINDER.

(Mitteilung aus dem chemischen Laboratorium der Stadt Zürich, Vorstand: Stadtchemiker E. Rieter.)

In der genannten Arbeit habe ich an Hand verschiedener Versuchsreihen ein Urteil abgegeben über die Brauchbarkeit der speziell im Schweiz. Lebensmittelbuch niedergelegten Verfahren zum Nachweis von Bact. coli in Trinkwasser. Meine Versuche führten zu dem Ergebnisse, dass das Verfahren von Freudenreich für die Praxis hinlänglich brauchbar sei, das Verfahren von Eijkman weniger und dasjenige von Thöni gar nicht befriedige.

<sup>1)</sup> Echantillon trop petit.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Diese Mitteilungen, 1917, Bd. VIII, Heft 1.