kann als untere Grenze der maximalen Reaktion angesehen werden. Die Probe ist für sich allein nicht absolut spezifisch, also forensisch für sich allein nicht verwertbar. Sie kann als orientierende Vorprobe dienen und erlaubt, das Stas-Dragendorff'sche Verfahren auf die Abtrennung der grössten Verunreinigungen zu beschränken, so dass die späteren Ausschüttelungen überflüssig werden.

Über die Methoden der Chininbestimmung gibt J. Katz¹⁾ eine Übersicht und teilt dabei ein neues Verfahren mit, dessen Prinzip darin besteht, dass das freie Chinin durch Eindampfen in alkoholischer Lösung mit Salzsäure quantitativ in das zweisäurige Salz verwandelt, und die überschüssige Säure durch Abdampfen nach Zusatz von Kochsalz verflüchtigt wird, so dass die in dem zweisäurigen Salz enthaltene Säure durch alkoholische $\frac{n}{10}$ -Kalilauge mit Poirrier's Blau titriert werden kann. Da ein zweisäuriges Salz des Chinins titriert wird, so ist der Fehler gegenüber allen anderen Methoden um 50 % vermindert. Die Methode würde sich sehr vereinfachen, wenn die Methode der Titration des Chinins unter Anwendung von Lackmoid nach Messner²⁾ sich dabei bewähren sollte. — Die Ausführung gestaltet sich folgendermaßen: Der Harn (Hund) wird durch lose Watte filtriert, dann die Gesamtmenge, beziehungsweise 400 *ccm*, wenn mehr zur Verfügung steht, mit 200 *g* Ammoniumsulfat und 10 *ccm* 30-prozentiger Essigsäure auf dem Wasserbade bis zur völligen Auflösung des Ammoniumsulfats erwärmt. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit in einem grossen Scheidetrichter mit Ammoniak stark alkalisch gemacht und sofort mit 100 *ccm*, dann noch zweimal, eventuell unter Zusatz von gebrannter Magnesia, mit 50 *ccm* einer Chloroformäthermischung (1:3) ausgeschüttelt. Der Chloroformäther der vereinigten Auszüge wird abgedampft, der Rückstand auf dem Wasserbade in gelinder Wärme in 10 *ccm* etwa 10-prozentiger Schwefelsäure gelöst und in einen kleinen Scheidetrichter filtriert. Man wäscht zweimal mit 5—10 *ccm* Wasser nach, macht mit Natronlauge stark alkalisch und schüttelt mit 50 *ccm* und dann noch zweimal mit je 25 *ccm* Chloroformäther aus. Die Extrakte werden mit Magnesia filtriert und auf etwa 1 *ccm* eingeengt; der Rückstand wird dreimal mit 3 *ccm* Alkohol in ein Schälchen gespült und mit 10 Tropfen offizineller Salzsäure und 20 Tropfen einer 25-prozentigen Kochsalzlösung

¹⁾ Biochem. Zeitschrift **36**, 144.

²⁾ Zeitschrift f. angew. Chem. **16**, 444; vergl. auch diese Zeitschrift **47** 446 (1908).

auf dem Wasserbade zur Trockne gedampft. Durch Schwenken des Schälchens muss die Bildung grösserer Kochsalzkristalle verhindert werden. Dann wird noch einmal mit Alkohol eingedampft und der Trockenrückstand $\frac{1}{4}$ Stunde im Trockenschrank stehen gelassen. Man spritzt dann die Masse ungeachtet des ungelöst bleibenden Chlornatriums mit Alkohol in einen Erlenmeyerkolben über, bringt die Flüssigkeit mit Alkohol auf ein Volumen von etwa 25 *ccm* und titriert mit alkoholischer $\frac{n}{10}$ -Kalilauge unter Zusatz von 5 Tropfen einer 0,2-prozentigen Lösung von Poirrier's Blau. 1 *ccm* $\frac{n}{10}$ -Lauge entspricht 0,0162 *g* Chinin. In Probeversuchen wurden aus Harn 100,6 $\frac{o}{o}$, beziehungsweise 97,9 $\frac{o}{o}$ Chinin wiedergefunden — Um Fäzes in der gleichen Weise zu verarbeiten, werden sie am besten zunächst mit Alkohol angerührt, mit Essigsäure stark sauer gemacht, auf dem Wasserbade erwärmt, nach dem Erkalten filtriert, und das Filtrat auf dem Wasserbade zur Sirupdicke konzentriert. Der Sirup wird in Wasser gelöst und wie oben behandelt. — Die Titration des Jods im Herapathit lässt sich dadurch ermöglichen, dass man den Herapathit mit Thiosulfat in alkoholischer Lösung unter Zusatz von Chlorbaryum durch Erwärmen zersetzt und nach dem Erkalten das überschüssige Thiosulfat mit Jodlösung unter Zusatz von Stärkelösung zurücktitriert.

4. Auf gerichtliche Chemie bezügliche Methoden.

Von

A. Czapski.

Über den Nachweis von Antipyrin haben G. D. Lander und H. W. Winter¹⁾ Untersuchungen angestellt.

Sie bedienen sich des von F. A. Steensma²⁾ angegebenen Verfahrens.

Als bestes Lösungsmittel zum Ausziehen der neutralen, ammoniakalischen oder salzsauren Lösung empfehlen die Verfasser Chloroform. Leichtpetroleum nimmt kein Antipyrin auf; Äther, Äthylazetat und Benzin eignen sich in geringerem Maße als Chloroform. Aus Harn lässt sich ohne vorherigen Reinigungsprozess, wie etwa mit Bleiessig, das Antipyrin gewinnen. In Leichenteilen, auch wenn dieselben schon in

¹⁾ The Analyst **38**, 97 (1913).

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift **48**, 787 (1909).