



selbst her, bringt auf die Eichungstemperatur und bestimmt gleichfalls das spezifische Gewicht.

Diese Aufschlammung benutzt man dann zweckmäßig gleich zur Bestimmung des Prozentgehaltes an Unlöslichem, indem man den gesamten Inhalt durch einen mit Asbest versehenen Gooch-Tiegel absaugt, mit Wasser nachwäscht und bei 105° trocknet.

Das gesuchte Volumen ergibt sich dann nach der Formel:

$$x = 10 \frac{G - b + a}{s},$$

worin

G das Gewicht des Unlöslichen von 10 g der Marmelade,

b das Gewicht der 50 ccm der aufgeschlammten 10 g Marmelade,

a dasjenige von 50 ccm des Filtrates und

s das spezifische Gewicht des Filtrates, bedeutet.

Diese Methode liefert bei sehr genauem Arbeiten vollkommen exakte Werte; sie wird jedoch unbrauchbar, falls diese Bedingung nicht eingehalten wird, da bereits sonst nicht beachtenswerte Abweichungen das erstrebte Ergebnis stark beeinflussen.

## Referate.

### Forense Chemie.

**Erwin Taigner:** Über die Verwendung von Kieselwolframsäure zur quantitativen Alkaloidbestimmung. (Zeitschr. analyt. Chem. 1919, 58, 346—352.) — Nach G. Bertrand (Bull. soc. chim. de France 1919, [3], 21, 434) ist die allgemeine Formel der Kieselwolframsäureverbindungen des Morphins, Strychnins und Pyridins  $12 \text{ WO}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O} \cdot 4 \text{ Alkaloid}$ . Verf. arbeitete eine Methode aus, die er auf Atropin, Strychnin, Kokain, Skopolamin und Spartein anwendete. Bei den ersten dreien stimmten die Resultate mit den berechneten Werten überein. Bei Skopolamin und Spartein standen nur geringe Drogenmengen zur Verfügung, so daß die Wertbestimmung per analogiam mit den gut definierten Verbindungen vorgenommen werden mußte. — I. Atropin: Das Atropin wurde in verdünnter Salzsäure und Wasser gelöst und mit einer etwa 10% igen Lösung von Kieselwolframsäure gefällt. Nach Zugabe von Natriumchlorid wurde der Niederschlag absitzen gelassen, filtriert und mit verdünnter Salzsäure (1:100) gewaschen. Mit reinem Wasser geht der Niederschlag trüb durch das Filter. Der bei 40° getrocknete Niederschlag ist ein weißes Pulver, das besonders im feuchten Zustand bereits unter 100° zu schmelzen beginnt. Bei langsamem Erhitzen zeigt sich eine Zersetzung erst bei etwa 150°. Zur Analyse des Salzes wurde dieses im Platintiegel abgewogen, bei höherer Temperatur getrocknet und schließlich verascht und gewogen. Die Differenzen ergaben die Werte für Wasser bezw. Alkaloid. Nun wurde Atropin in verdünnter Salzsäure gelöst, mit Kieselwolframsäure gefällt und mit Chlornatrium versetzt. Der Niederschlag wurde im Goochtiiegel gesammelt, mit Salzsäure (1:100) gewaschen, bei 100° getrocknet und gewogen. War der Niederschlag gelblich verfärbt und geschmolzen, also Wasser abgespalten, so wurde die Formel  $12 \text{ WO}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot 4 \text{ Alkaloid}$  (= 29,53% Alkaloid) der Berechnung der Analyse zugrunde gelegt. Schließlich bestimmte Verf. die Alkaloidmenge in einem Extr. Belladonnae von bekanntem Gehalt. Direktes Ausziehen mit Salzsäure führt nicht zum Ziel, da Verf. im Gegensatz zu anderen Autoren feststellt, daß Pflanzeneiweiß durch Kieselwolframsäure gefällt wird. Das Extrakt wurde in 3 ccm Wasser + 3 ccm Alkohol gelöst, mit 30 g Äther nach Zugabe von 2 ccm konz. Natriumcarbonatlösung unter häufigem Umschütteln eine Stunde stehen gelassen.