

doppelten Gewichte möglichst starken, fuselfreien Alkohols, setzt Weinsäure bis zur entschieden sauren Reaktion zu (nicht mehr) und digeriert am Rückflusskühler in einem Kolben bei gelinder Wärme. Nach dem Erkalten wird der Auszug filtriert und das Filtrat in gelinder Wärme (auf dem Wasserbad) eingedampft.

Beim Verdunsten scheiden sich fast immer Fett und harzige Stoffe aus; von diesen filtriert man die wässrige Flüssigkeit durch ein mit Wasser benetztes Filter ab. Den bei der ersten Filtration, sowie jetzt hier auf dem Filter verbleibenden Rückstand, der Metallgifte enthalten kann, reserviert man zur Prüfung auf diese. Das Filtrat und das Waschwasser verdampft man auf dem Wasserbade bis zur Extraktkonsistenz.

Dieser Rückstand wird nun nach und nach mit absolutem Alkohol verdünnt und dann giebt man (nach und nach) soviel Alkohol zu, als zur Ausscheidung des dadurch Fällbaren erforderlich ist. Der alkoholische Auszug wird — nach mehrstündigem Stehen — durch ein mit Alkohol benetztes Filter abgossen. Die Fällung wird — mit dem Uebrigen, vgl. oben! — auf Metallgifte untersucht, der alkoholische Auszug dagegen wird verdunstet, der verbleibende Rückstand in Wasser gelöst und auf Alkaloide, Pikrotoxin und Digitalin (sowie Quecksilberchlorid, respektive -cyanid) geprüft.

IV. Nachweis der organischen Gifte.

Hat man die Trennung der organischen und anorganischen Gifte durchgeführt, so geht man zunächst zum Nachweise der organischen Gifte über. Wir folgen hier dem von *J.* und *R. Otto* modifizierten *Stas'schen* Gange, der die wichtigsten organischen und anorganischen Gifte zu trennen und erkennen gestattet. (Der *Dragendorff'sche* Gang, bei dem eine viel grössere Anzahl giftiger Stoffe berücksichtigt ist, soll hier nicht in Betracht gezogen werden.)

(Dass es sich empfiehlt, vor Beginn der eigentlichen Analysen die Reaktionen der Alkaloide, sowie des Pikrotoxins und Digitalins, wie sie später zusammengestellt sind, durchzuprüfen, ist wohl selbstverständlich.)

Beim *Stas-Otto'schen* Gange wird die auf Alkaloide, sowie Pikrotoxin und Digitalin zu prüfende Lösung, wenn sie sehr sauer sein sollte, mit verdünnter Natronlauge abgestumpft, muss aber sauer bleiben. (Freie Weinsäure würde in den Aether übergehen; saures weins. Natrium thut dies nicht.) Nun wird im Scheidetrichter mit nicht zu wenig Aether geschüttelt. Man lässt zum Absitzen stehen und trennt die Aetherschicht von der wässerigen Lösung. (Sollte beim Schütteln Emulgierung eintreten, d. h. sollte

sich die ätherische und wässerige Schicht beim Stehen nicht trennen, so füge man wenige Tropfen Alkohol zu und schüttele nochmals gelinde.) Man giebt zur wässerigen Lösung im Scheidetrichter neuen Aether, schüttelt wieder u. s. w., bis schliesslich der Aether beim Schütteln nicht mehr gefärbt wird. In den Aether gehen über: färbende und harzige Substanzen, sowie Reste von Fett, dann:

Colchicin
Digitalin
Pikrotoxin,

ferner Spuren von Atropin und Veratrin. (Atropin und Veratrin, sowie besonders Colchicin sind sehr schwache Basen: Colchicin geht deshalb, wenn nicht sehr viel freie Säure vorhanden, völlig aus saurer Lösung in Aether über, ebenso thun dies, aber nur in Spuren, Atropin und Veratrin. Letztere wird man deshalb der Hauptmasse nach nur aus alkalischer Lösung in Aether überführen können.) Dieser saure Aetherauszug wird zur weiteren Untersuchung zurückgestellt.

Die durch Behandeln mit Aether von obigen Verbindungen befreite und gleichzeitig gereinigte Alkaloidsalzlösung wird durch gelindes Erwärmen vom Aether befreit und dann mit Natronlauge so alkalisch gemacht, dass sie Curcumapapier lebhaft bräunt und die Finger eben schlüpfrig macht, um die Alkaloide aus den Salzen in Freiheit zu setzen und ferner etwa vorhandenes Morphin im Ueberschusse der Lauge zu lösen. Man schüttelt nun wieder mit Aether; in diesen alkalischen Aetherauszug gehen über:

Nicotin	Brucin
Coniin	Strychnin
Veratrin	Aconitin
Narcotin	Atropin
Codein	Chinin
Cocaïn	

d. h. alle hier in Betracht gezogenen Alkaloide mit Ausnahme von Morphin und Narceïn. (Hier können sich ferner, wenn nicht völlig in saure Lösung übergegangen, noch finden Colchicin und auch Digitalin.)

Eine Probe dieses ätherischen Auszuges filtriert man durch ein trocknes Filter auf ein Uhrglas oder in eine kleine Glasschale und verdunstet nun bei nicht zu hoher Temperatur, um zu erkennen, ob der Aether überhaupt etwas aufgenommen hat. (Die ätherische Lösung ist immer etwas wasserhaltig, würde also beim Verdunsten schliesslich Wasser hinterlassen, wodurch die Krystallisation der Alkaloide beeinträchtigt wird. — Verdunstet man den Aether bei gewöhnlicher Temperatur, so entzieht er die zum Uebergange aus flüssigem in dampfförmigen Zustand nötige Wärme der Luft, d. h. es wird sich aus der Luft nun Wasser auf die Schale niederschlagen. Verdunstet man den Aether bei zu hoher Temperatur, etwa bei

beginnendem Sieden desselben, so kriecht die Lösung an den Rändern des Uhrglases über. Man verdunste deshalb nicht bei zu niedriger und nicht bei zu hoher Temperatur, am besten auf einem angewärmten, aber nicht über 30° warmen Ziegelstein.)

Zeigt sich, dass der Aether aus alkalischer Lösung etwas aufgenommen hat, so entzieht man durch wiederholtes Ausschütteln mit Aether der Lösung alles Alkaloid, bis eben der zuletzt verwendete Aether nichts mehr aufnimmt.

Die rückbleibende wässerige Lösung kann von Alkaloiden noch Morphin und Narceïn enthalten und wird zur Prüfung auf diese beiseite gestellt, während man zweckmässig zuerst zur Prüfung des alkalischen Aetherauszeuges übergeht.

1. Prüfung des alkalischen Aetherauszeuges auf Alkaloide.

Es sei zunächst daran erinnert, dass Coniin und Nicotin flüssige Verbindungen sind und beim Verdunsten der ätherischen Lösung als ölige Tropfen hinterbleiben; die übrigen Alkaloide hinterbleiben als feste Massen. (Bemerkt man, dass beim Verdunsten des Aethers sich ölige Tropfen bilden, so verdunste man, da Coniin und Nicotin flüchtig sind, vorsichtig und nicht bei zu hoher Temperatur. Man gebe überhaupt nur in die Mitte des Uhrglases die zu verdunstende Aetherlösung; es bildet sich beim Verdunsten am Rande des Aethers ein Wall von festem Rückstand; giebt man dann allmählich den Rest der Lösung ins Innere dieses Ringes, so wird der Wall sich verstärken und zuletzt werden im Innern des Ringes sich reinere Abscheidungen, gegebenen Falls deutliche Krystalle bilden. Letztere verwende man für die feineren entscheidenden Reaktionen. Sollten die Alkaloide zu unrein hinterblieben sein — hat man nicht sorgfältig genug in saurer Lösung ausgeschüttelt — so löst man sie nochmals in Wasser unter Zusatz einer Spur Weinsäure, entfernt durch Ausschütteln dieser Lösung mit Aether die Verunreinigungen, macht die gereinigte Lösung mit Natronlauge alkalisch und gewinnt dann durch Ausschütteln mit Aether reines Alkaloid.)

Zunächst ist nun immer zu konstatieren, ob das, was vorliegt, auch wirklich ein Alkaloid ist, und dazu dienen die sogenannten **Gruppenreagentien**. Man löse eine Probe des Rückstandes in Wasser und einer Spur verdünnter Salzsäure und verdampfe nun auf dem Uhrglase bei Wasserbadwärme bis zur Trockne und bis der Geruch nach Salzsäure verschwunden. Man löse den Rückstand in einigen Tropfen Wasser, verteile mittelst eines Glasstäbchens auf verschiedene Uhrgläser und setze nun — ebenfalls mit Glasstab — zu den

einzelnen Proben einen Tropfen des Reagens. Sind Alkaloide vorhanden, so werden Niederschläge eintreten:

Jodjodkalium (Lösung von Jod in Jodkalium) bewirkt flockige, kermesfarbige bis braune Niederschläge; ein Teil von ihnen wird allmählich krystallinisch. (Es fallen Superjodide der Alkaloide, beim Strychnin z. B. $C^{21}H^{22}N^2O^2.HJ.J^2$.)

Kaliumzinkjodid, Kaliumcadmiumjodid, Kaliumquecksilberjodid geben amorphe weisse Niederschläge, die allmählich gelblich und krystallinisch werden. Kaliumwismuthjodid fällt orangerot, meist amorph. (Es fallen Doppelsalze der jodwasserstoffs. Alkaloide mit Zinkjodid etc., z. B. $C^{21}H^{22}N^2O^2.HJ.HgJ^2$.)

Phosphormolybdänsäure giebt amorphe, meist gelbliche Niederschläge, die z. T. allmählich durch Reduktion der Molybdänsäure blau oder grün werden. (Zur Darstellung der Reagenslösung wird Ammonmolybdat in salpeters. Lösung zu einer mit Salpetersäure angesäuerten Lösung von Natriumphosphat gebracht, der nach 24 Stunden entstandene Niederschlag gesammelt, ausgewaschen und in Sodalösung gelöst. Diese Lösung wird verdunstet, der Rückstand erhitzt, solange Ammoniak entweicht, dann in Wasser gelöst und mit soviel Salpetersäure versetzt, dass der ursprünglich entstandene Niederschlag wieder verschwindet.) — Durch Phosphormolybdänsäure entstehen Niederschläge, die dem Ammoniummolybdophosphat $PO^4H^3.(NH^3)^3.12MoO^3$ ähnlich zusammengesetzt sind, aber an Stelle von Ammoniak das Alkaloid enthalten. — Aehnlich wie Phosphormolybdänsäure verhalten sich Phosphorwolframsäure und Phosphorantimonsäure.

Gerbsäure (Lösung von Tannin) bringt weissliche oder gelbliche amorphe Niederschläge hervor. (Es fallen die gerbs. Salze der Alkaloide; Morphin wird kaum gefällt.)

Pikrinsäurelösung giebt gelbe z. T. krystallinische Niederschläge. (Es werden gefällt die Pikrate.)

Platinchloridlösung giebt gelbliche bis gelbe, häufig krystallinische Niederschläge. (Es entstehen die dem Platinsalmiak entsprechenden Doppelsalze, z. B. $(C^{21}H^{22}N^2O^2.HCl)^2.PtCl^4$.) — Goldchlorid liefert analoge, meist etwas hellere Niederschläge des Golddoppelsalzes, z. B. $C^{21}H^{22}N^2O^2.HCl.AuCl^3$.

Man überzeuge sich also, ob das angebliche Alkaloid Reaktionen mit Jodjodkalium, Phosphormolybdänsäure und Gerbsäure giebt, ob wirklich ein Alkaloid vorliegt.

a. Liegen nun die flüssigen Alkaloide, Coniin und Nicotin vor, so werden diese zunächst am Geruch zu unterscheiden sein; dann ist folgendes zu beachten:

Nicotin ist leichter in Wasser löslich als Coniin; die wässrige Lösung trübt sich nicht beim Erwärmen. Das salzsaure Salz ist amorph und wird beim Verdunsten der Lösung als Firniss erhalten. (Vgl. auch das Verhalten zu Jod-

lösung.)

Coniin ist in Wasser weniger leicht löslich; die wässrige Lösung trübt sich beim Erwärmen. Das salzsaure Salz ist krystallinisch und doppelbrechend.

b. Liegen starre Alkaloide vor, so könnte es sich handeln um: Aconitin, Atropin, Brucin, Chinin, Cocain, Codein, Narcotin, Strychnin, Veratrin; ferner könnten sich noch finden Reste von Colchicin und Digitalin. Man orientiere sich zunächst in folgender Weise:

1. Man löse auf einem Uhrglase eine Kleinigkeit des Alkaloids in konz. Schwefelsäure und lasse stehen:

Aconitin: löst sich gelb; die Farbe geht allmählich durch Gelbroth in Violett über.

Narcotin: die Farbe der Lösung geht in Gelb, Rötlich und (nach einigen Tagen) in Himbeerfarben über.

Veratrin: löst sich gelb, die Farbe geht allmählich durch Orange in Kirschroth über.

(Digitalin löst sich mit rötlichbrauner Farbe, die allmählich in Kirschroth übergeht. — Colchicin löst sich gelb.)

2. Eine andere Probe löse man in konz. Schwefelsäure und erwärme:

Veratrin färbt sich kirschroth.

Narcotin färbt sich violettroth.

Codein färbt sich blau.

Cocain löst sich farblos; die Lösung giebt (im Reagensgläschen erwärmt) ein Sublimat von Benzoesäure und es tritt ein charakteristischer Geruch auf (nach Methylbenzoat?).

Atropin giebt Geruch nach Orangenblüten (oder nach Blüten von Prunus Padus? oder Spiraea Ulmaria?).

3. Man löst in konz. Schwefelsäure und giebt etwas Salpetersäure zu:

Brucin giebt blutrote Färbung, die bald in Gelb übergeht.

Narcotin giebt zuerst fast braune, dann tiefrote Färbung.

(Colchicin giebt grün, blau, violett und endlich gelb gefärbte Mischung.)

4. Man löse eine Probe in konz. Schwefelsäure und gebe ein Körnchen Kaliumdichromat zu:

Strychnin giebt die charakteristischen violetten bis blauen Streifen.

5. Zu einer Probe giebt man etwas Salpetersäure:

Brucin bewirkt Rottfärbung.

Man wird so im Allgemeinen orientiert sein, welches der hier besprochenen Alkaloide vorliegt, und geht nun zu den in der später folgenden Zusammenstellung besprochenen Spezialreaktionen über. Da einige der hier oben erwähnten Reaktionen weniger scharf sind, einzelne Alkaloide sich auch nach obiger Zusammenstellung nicht finden lassen, prüfe man gegebenen Falls noch auf:

Aconitin mit Phosphorsäure;
 Atropin mit rauchender Salpetersäure und alkoholischer
 Kalilauge;
 Cocain mit Chlorwasser und Palladiumchlorür;
 Chinin mit Chlorwasser und Ammoniak.

(Sollten Colchicin und Digitalin sich hieher verirrt haben,
 so überzeuge man sich, dass sie aus saurer Lösung in Ae-
 ther überföhrbar sind.)

2. Prüfung der rückbleibenden wässerigen Lösung auf Morphin und Narcein.

In der nach Ausschüttelung mit Aether aus alkalischer
 Lösung hinterbleibenden Flüssigkeit können noch enthalten
 sein Morphin und Narcein, die aus alkalischer Lösung nicht
 in Aether übergehen.

a. Man prüfe zunächst auf Morphin mittelst der Jod-
 säurereaktion. Nach dem Verjagen des von der Ausschüttelung
 her noch vorhandenen Aethers, gebe man eine Probe der
 Flüssigkeit in ein Reagensglas, säure mit verdünnter Schwefel-
 säure an und füge etwas Chloroform und dann ein Körnchen
 Jodsäure oder etwas konz. Jodsäurelösung zu. Morphin redu-
 ziert diese zu Jod; schüttelt man nun durch und lässt die
 Chloroformschicht sich absetzen, so wird diese durch Jod rot-
 gefärbt erscheinen. Da auch andere Körper Jodsäure redu-
 zieren — es sei nur an die zuweilen hieher verschleppte ar-
 senige Säure erinnert — ist die Gegenwart von Morphin
 noch nicht sicher erwiesen und es ist deshalb das Morphin
 zu isolieren.

Man macht zu diesem Behufe die Lösung durch Zusatz
 von nicht zu wenig Salmiak ammoniakalisch und schüttelt
 sofort mit reinem Amylalkohol aus, der das Morphin auf-
 nimmt. Besser macht man die alkalische Lösung zunächst
 durch Zusatz von Salzsäure sauer, giebt Amylalkohol zu,
 erwärmt auf dem Wasserbade auf ca. 70°, macht nun erst
 durch Ammoniak ammoniakalisch und schüttelt sofort aus.

Es geht so das Morphin leicht in den Amylalkohol über,
 hinterbleibt aber beim Verdunsten des Amylalkohols (auf dem
 Wasserbade) meist stark verunreinigt. Zur Reinigung nimmt
 man nochmals in Amylalkohol auf und schüttelt diesen mit
 angesäuertem Wasser aus; die Verunreinigungen bleiben gröss-
 tentheils im Amylalkohol, Morphin geht als Salz ins Wasser
 über. Man bringt so durch öfteres Ausschütteln alles Morphin
 ins Wasser und entzieht es diesem wieder nach Zusatz von
 Ammoniak wie oben durch reinen Amylalkohol. — Statt mit
 Amylalkohol auszuschütteln, kann man geeigneter aus ammo-
 niakalischer Lösung mit Chloroform ausschütteln, dem man
 10% Alkohol zugesetzt hat (*Kippenberger*): man umgeht so

das lästige Arbeiten mit Amylalkohol und erhält reinere Ausschüttelungen.

Von dem nun nach Verdunsten des Lösungsmittels hinterbleibenden Rückstande löst man eine Kleinigkeit in Wasser, das mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert ist, und wiederholt die Prüfung mit Jodsäure: tritt wieder Reaktion ein, so ist Morphin vorhanden, das man durch die weiteren Reaktionen (mit Schwefelsäure und Salpetersäure, Eisenchlorid etc.), besonders aber durch die im Ernstfalle entscheidende *Pellagri'sche* Reaktion identifiziert. Eine sehr gute Vorprüfung (nicht definitiven Nachweis) giebt auch das von *Marquis* zum Nachweise von Morphin empfohlene Reagens, eine Mischung von 2 Tropfen Formaldehydlösung und 3 cc konz. Schwefelsäure: Giebt man zu einer Spur Morphin, d. h. zu dem Eindampfungsrückstand der ammoniakalischen Chloroformausschüttelung einige Tropfen des Reagens, so tritt bei Gegenwart von Morphin schöne Violettfärbung ein. Die Reaktion gelingt noch mit Bruchteilen von $\frac{1}{10}$ mg des Alkaloids, ist daher weit empfindlicher als die Reaktion mit Jodsäure. Auch hier sind selbstverständlich die weiteren Morphinreaktionen erforderlich!

b. Zur Prüfung auf Narceïn entzieht man dasselbe der Lösung, wie oben, durch Amylalkohol oder alkoholhaltiges Chloroform. Den eventuell gereinigten Verdunstungsrückstand prüft man mit Jodwasser; tritt Blaufärbung ein, so ist Narceïn vorhanden und durch die weiteren Reaktionen zu bestätigen. — Da Narceïn hiebei nur teilweise in Lösung geht, verdunste man die ausgeschüttelte Lösung unter Zugabe von Sand oder Glaspulver zur Trockne und digeriere den Rückstand mit absolutem Alkohol. In die so erhaltene Lösung leite man trockne Kohlensäure, filtriere vom Carbonatniederschlag ab und verdampfe die Lösung. Diesen Rückstand nehme man (zur Beseitigung von Fett etc.) in warmem Wasser auf, dampfe wieder ein und löse nochmals in Alkohol. Den nun beim Verdunsten hinterbleibenden Rückstand prüfe man gleichfalls auf Narceïn.

3. Prüfung des sauren Aetherausguges auf Pikrotoxin, Colchicin und Digitalin.

Der durch Ausschütteln mit Aether aus saurer Lösung erhaltene Auszug kann enthalten Pikrotoxin, Colchicin, Digitalin, daneben aber fettige, harzige und färbende Substanzen, die der Aether aufgenommen hat. Man behandelt den Abdampfungsrückstand desselben unter gelindem Erwärmen mit Wasser, lässt, um Fett, Harz etc. möglichst zu trennen, wieder erkalten und filtriert ab. Die Lösung kann nun eines dieser Gifte — mehr oder weniger rein — enthalten, vielleicht

auch etwas Atropin oder Veratrin. (Sollte die Lösung stark sauer reagieren, z. B. durch mitausgeschüttelte Weinsäure, so versetzt man sie mit gefällttem Calciumcarbonat, filtriert und schüttelt wieder mit Aether aus.)

Die wässrige Lösung wird stark bitter schmecken, wenn sie Pikrotoxin enthält, wird gelb sein bei Gegenwart von Colchicin, schäumen bei Anwesenheit des Digitalins.

Man prüfe zunächst Tropfen der Lösung mit Jodjodkalium, Phosphormolybdänsäure und Gerbsäure:

Colchicin giebt mit allen diesen Gruppenreagentien Niederschläge (ebenso Veratrin und Atropin);

Digitalin wird (und zwar in nicht zu verdünnter Lösung) nur durch Gerbsäure,

Pikrotoxin überhaupt nicht gefällt.

(Mit Jodjodkalium könnten hier scharlachrote Niederschläge entstehen bei Anwesenheit von Quecksilberchlorid, bezw. Quecksilbercyanid. Zum Nachweise des Quecksilbers fälle man dies aus der wässrigen Lösung durch Schwefelammonium als Sulfid und erkenne letzteres, wie später zu besprechen, nach dem Lösen in Königswasser an seiner Fällbarkeit durch Zinnchlorür; die Blausäure des Cyanides würde sich im Filtrate des Schwefelammoniumniederschlags als Ammoniumrhodanid finden. Vgl. oben bei Blausäure!)

a. Scheint nach dieser Vorprüfung Colchicin vorzuliegen, so prüfe man einen Teil des Verdampfungsrückstandes der wässrigen Lösung auf dasselbe mit Salpetersäure, ob Violettfärbung eintritt, sowie nachher diese mehr oder minder deutlich violett gefärbte Masse mit Alkali auf die zu erwartende orangerote Färbung.

(Ist das Colchicin zu stark verunreinigt, so nimmt man es in Wasser auf, fällt aus der filtrierten Lösung das Alkaloid durch Gerbsäure als Tannat, zersetzt den abfiltrierten Niederschlag durch feuchtes Bleihydroxyd — aus Acetat durch Ammoniak zu fällen — und entzieht der Masse mit Aether oder Chloroform das reine Alkaloid.)

b. Auf Digitalin prüft man mit Schwefelsäure und Bromwasser: ist es vorhanden, so tritt Rotfärbung ein.

(Unreines Digitalin nimmt man in Wasser auf, giebt zur Lösung Bleiacetat, so lange Fällung erfolgt, filtriert ab, entbleit das Filtrat durch Schwefelwasserstoff und schüttelt es mit Aether aus, der dann das reine Digitalin aufnimmt.)

c. Ist Pikrotoxin wahrscheinlich vorhanden, so suche man es stets krystallinisch zu erhalten durch Aufnehmen in Weingeist und freiwilliges Verdunsten. (Unreines Pikrotoxin ist hiezu wie Digitalin durch Fällern mit Bleiacetat etc. zu reinigen.) Es bildet dann farblose, biegsame, meist büschelförmig gruppierte seidenglänzende Nadeln. Löst man hievon

etwas ins Wasser und erwärmt gelinde nach Zusatz von *Fehling'scher* Lösung, so tritt Fällung von Kupferoxydul ein.

Dass man stets auch bei genügendem Material die sonstigen Reaktionen zu erhalten sucht, ist wohl selbstverständlich.

V. Quantitative Bestimmung der Alkaloide, sowie des Digitalins und Pikrotoxins.

In ähnlicher Weise, wie der qualitative Nachweis, lässt sich — wenigstens bei den nichtflüchtigen, starren Alkaloiden, sowie bei Digitalin und Pikrotoxin — meist auch die quantitative Bestimmung mit genügender Genauigkeit durchführen. Es sei hier der Gang dieser Bestimmung für in Bier als Uebungsanalyse (in Mengen von 30 bis 100 mg etwa) gegebene Gifte kurz besprochen.

a. Am einfachsten gestaltet sich die Durchführung für die aus alkalischer Lösung in Aether übergehenden starren Alkaloide: Man entfernt (nach pag. 10) durch zweimalige Fällung mit Alkohol aus der angesäuerten und konzentrierten Lösung Dextrin und sonst Fällbares; da bei der Fällung des Dextrins Alkaloid in Spuren mit niedergerissen wird, löst man schliesslich die beiden Dextrinfällungen in wenig Wasser und fällt nochmals mit Alkohol, um auch diese Spuren in den Alkohol überzuführen. Die alkoholischen Lösungen vereinigt man, verjagt den Alkohol und schüttelt dann die genügend saure wässrige Lösung mehrmals mit Aether aus, um fettige, harzige und färbende Stoffe durch den Aether zu entfernen. Zu der so gereinigten wässrigen Lösung giebt man nach Verjagen des Aethers Alkali bis zur stark alkalischen Reaktion und schüttelt nun wiederholt mit Aether aus, bis dieser kein Alkaloid mehr aufnimmt. Die ätherischen Auszüge verdunstet man vorsichtig in einer gewogenen Glasschale, trocknet bei 100° und wägt. (Ist das Alkaloid nicht genügend rein erhalten worden, so löst man es in weinsäurehaltigem Wasser und wiederholt die Ausschüttelungen aus saurer und alkalischer Lösung.) — Bei Veratrin und Atropin ist zu beachten, dass sie aus saurer Lösung in Aether übergehen können; man schüttele deshalb zuerst in stark saurer Lösung mit Aether aus und zwar mit nicht zu grossen Aethermengen.

b. Morphin lässt sich in ähnlicher Weise bestimmen. Hat man, wie oben, von Dextrin etc. getrennt, so schüttelt man zunächst in saurer Lösung mit Aether aus, giebt alkoholhaltiges Chloroform (s. o.) zur Lösung, dann Ammoniak und schüttelt nun aus. Die Ausschüttelung ist auch hier mehrmals zu wiederholen.

Auch durch Ausschütteln mit reinem Amylalkohol lässt sich die Bestimmung annähernd durchführen, wenn man in folgender Weise arbeitet: Man giebt zuerst den Amylalkohol