

auch das Verfahren des Umkristallisierens verwendet. Die Untersuchung des Sublimats auf dem Objektträger wurde direkt mit dem Beschlage der umkristallisierten Substanz nach durchgeführter Trocknung in gleicher Art wie bei der direkten Bestimmung auf dem Objektträger durchgeführt.

### **Hexamethylenetetramin-Tabletten, Marke „Österreichische Heilmittelstelle“, à 0,5 g.**

Nach dem Zerkleinern der Tablette wurden unter dem Polarisationsmikroskop unregelmäßige Schollen beobachtet, die bei gekreuzten Nikols in keiner Richtung zum Aufleuchten zu bringen waren (isotrope Kristalle mit einem Brechungsindex).

Der in der Literatur (MAYRHOFER: Mikrochemie der Arzneimittel und Gifte II) angegebene Brechungsindex von der Höhe 1,59 konnte bei den verschiedenen nicht aufleuchtenden Kristallschollen durchweg beobachtet werden. Einbettungsflüssigkeit: Gemisch von reinstem Paraffinöl und  $\alpha$ -Monobromnaphthalin. Bei der Sublimation im KEMPF'schen Apparat konnten bei einer Temperatur von 70° bereits nach zwei Stunden kristallinische Beschläge in Form von Einzelkristallen des tesseralen Systems (Oktaeder und Kombinationen mit einer durchschnittlichen Kantenlänge von 60 bis 100  $\mu$ ) erhalten werden. Brechungsindex ebenfalls 1,59.

Für die rasche Bestimmung genügt die direkte Beobachtung des Brechungsindex in der zerdrückten Tablette.

### **Urotropin-Tabletten, Marke „Schering“, à 0,5 g.**

Es wurden die gleichen Eigenschaften in bezug auf Aussehen, Brechungsvermögen und Sublimation beobachtet.

### **40%ige sterile Urotropin-Lösung, Marke „Schering“, in Ampullen à 5 ccm.**

Durch Eindampfen eines Tröpfchens der Lösung auf einem Objektträger konnten Einzelkristalle neben Kristallschollen erhalten werden. Bei den Einzelkristallen war der Brechungsindex einwandfrei festzustellen. Unsicher wurde die Bestimmung bei den vorhandenen Kristallschollen. Wurde der Rückstand der Mikrosublimation unterworfen, so entstanden als Beschläge schöne Einzelkristalle mit dem bereits früher beschriebenen Aussehen und Brechungsvermögen.

### **Aspirin und Acidum acetylo salicylicum.**

Die verschiedenen Konstanten der beiden Präparate für sich wurden bereits früher festgestellt (siehe A. MAYRHOFER: Phar-

mazeutische Monatshefte 1926, Nr. 4 bis 7). Auf Grund des häufigen Schwankens der niedrigeren Indices (1,551 bis 1,573) wurde das Hauptgewicht auf die Beobachtung des höheren Brechungsindex 1,652 in den Tabletten gelegt. Sowohl in den Aspirin-Tabletten (Marke „Bayer“) à 0,5 g als auch in den Tabletten mit Acidum acetylo salicylicum à 0,5 g (Marke „Österreichische Heilmittelstelle“) wurde der höhere Index direkt in der zerkleinerten Tablette beobachtet. In der anderen Auslöschungsrichtung waren die Kristalle durchweg schwächer brechend und wurde der niederste Brechungsindex ebenfalls häufig gefunden. Zu den gleichen Ergebnissen führte auch Lösen und Umkristallisieren der Substanz aus Alkohol. Da die Sublimation bereits bei der reinen Substanz keine zur Bestimmung des Brechungsvermögens günstigen Kristallbeschlüge ergab, wurde von der Sublimation des Aspirins, bezw. Acidum acetylo salicylicum aus den Tabletten abgesehen.

Die Aspirin-Tabletten „Bayer“ bestanden aus bedeutend kleineren Kristallfragmenten als die Tabletten mit Acidum acetylo salicylicum, Marke „Österreichische Heilmittelstelle“, besonders in letzteren ist der höhere Index sehr leicht zu beobachten. Stärke wurde in beiden Fällen beobachtet.

Umkristallisieren aus Wasser durch vorsichtiges Erhitzen unter Vermeidung von Kochen ergab Nadeln und Blättchen, bei denen die Beobachtung des höchsten Index 1,652 einwandfrei durchgeführt werden konnte.

### **Phenolphthalein-Tabletten, Marke „Österreichische Heilmittelstelle, à 0,2 g.**

Die zerkleinerte Tablette bestand, unter dem Mikroskop betrachtet, aus scheinbar amorpher Substanz, die zur Bestimmung des Brechungsvermögens ungeeignet war. Daneben fand sich auch etwas Stärke. Versuche durch Umkristallisieren aus Alkohol, Lösen in Alkohol unter darauffolgendem Zufügen von Wasser bis zur Trübung und abermaliges Erwärmen ergaben ebenfalls keine einwandfreien Resultate. Durch die Methode der Mikrosublimation nach KEMPF konnten unter nachstehenden Versuchsbedingungen schöne, kristallinische Beschlüge erhalten werden.

Sublimation bei 190 bis 200° ergab nach 1½ Stunden schwache Beschlüge;