

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;

Sublimation bei 200 bis 210° ergab nach 12 Stunden starke Beschläge, dabei trat jedoch rötlichbraune Färbung des Pulvers ein;

Sublimation bei 220° ergab bereits nach  $\frac{1}{2}$  Stunde schwache Beschläge;

Sublimation bei 220° ergab nach 6 Stunden starke Beschläge.

Die Beschläge waren tröpfchenförmig. Durch Reiben der schwachen Beschläge mit der Nadel und nachfolgendes Weitersublimieren konnten Nadeln und Blättchen (siehe A. MAYRHOFER, Mikrochemie der Arzneimittel und Gifte II) erhalten werden. Die durch langandauernde Sublimation gewonnenen Beschläge bestanden aus langen, verfilzten Nadeln.

Bei der geringen Steighöhe des KEMPF'schen Apparates wuchsen die Nadeln bei langandauernder Sublimation zu solcher Größe an, daß sie das zur Sublimation verwendete Pulver erreichten, so daß beim Abheben des als Rezipient dienenden Objektträgers die Sublimate mit geringen Mengen des Pulvers verunreinigt waren. Die in der Literatur bereits veröffentlichten Brechungsindices 1,648, 1,663 konnten auch in diesem Falle wiedergefunden werden. Einbettungsflüssigkeit: Gemisch von Paraffinöl mit  $\alpha$ -Monobromnaphthalin.

### Saccharin-Tabletten, Marke „Essef“.

Nachdem die als Saccharin bezeichnete Substanz in Form von Saccharinum solubile, also als  $\alpha$ -Benzoessäuresulfidnatrium, in den Tabletten vorhanden ist, wurden zwecks Zersetzung des Natriumsalzes die Tabletten in Wasser gelöst, hierauf mit Salzsäure im Überschuß versetzt. Nach geringer Kohlensäureentwicklung trat zuerst Trübung, dann Abscheidung kleiner Kriställchen in Form von schiefwinkligen, viereckigen und deltoidartigen Blättchen mit starker Doppelbrechung und symmetrischer Auslöschung ein.

Von den in der Literatur angegebenen Indices 1,615, 1,689 wurde der niedrige Index seltener, der höhere dagegen regelmäßig beobachtet. Der Niederschlag wurde nach dem Trocknen auch der Sublimation unterworfen. Im KEMPF'schen Apparat wurden bei 100 bis 104° nach 4 Stunden ganz schwache Beschläge, bei 120 bis 125° nach 17 Stunden starke Beschläge in Form schöner, langer prismatischer Kristalle mit schiefen Endflächen (Länge bis 1,5 mm, Breite 100  $\mu$ ) gefunden. Die Feststellung der Indices deckt sich mit den vorhergehenden Beobachtungen.