

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. MAYRHOEFER, 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 α -Monobromnaphthalin.

Saccharin-Tabletten, Marke „Essef“.

Nachdem die als Saccharin bezeichnete Substanz in Form von Saccharinum solubile, also als α -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 μ) gefunden. Die Feststellung der Indices deckt sich mit den vorhergehenden Beobachtungen.

Als Einbettungsflüssigkeit wurden in der üblichen Weise bei niedrigeren Mischungen von Paraffinöl- α -Monobromnaphthalin, bei der Feststellung des höheren Brechungsindex Gemische von Jodmethylen und α -Monobromnaphthalin verwendet. Auch von diesen Gemischen waren Standardlösungen in verschiedenen Verdünnungen in analoger Weise wie Paraffinöl- α -Monobromnaphthalin sowie Glyzerin und Wasser hergestellt worden. Über die dabei gemachten Beobachtungen in bezug auf Haltbarkeit der Gemische, das Brechungsvermögen von vollkommen reinem, frisch destilliertem, farblosem und älterem, durch Jodausscheidung bereits rötlich gefärbtem Jodmethylen usw. wird in einer späteren Veröffentlichung berichtet werden.

Acetphenetidin-Tabletten, Marke „Österreichische Heilmittelstelle, à 0,5 g.

Die zu Pulver zerkleinerten Tabletten ließen unter dem Mikroskop nur Kristallbrocken, meist inkrustiert mit kleinpulveriger Substanz, und zu Klumpen zusammengebackenes Pulver neben Stärke erkennen. Zur Bestimmung des Brechungsvermögens war daher dieses Material wenig geeignet. Die großen Löslichkeitsunterschiede des Acetphenetidins in kaltem (1 : 1400) und heißem Wasser (1 : 80) waren hier für das Umkristallisieren besonders

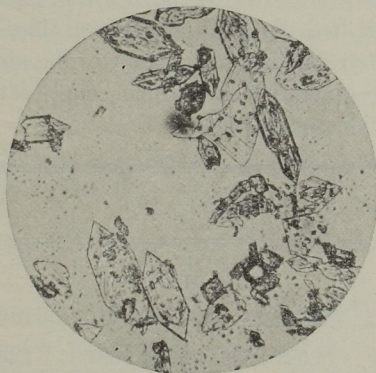


Fig. 3. Kristalle von Acetphenetidin aus Wasser umkristallisiert.

günstig. Es konnten auf diese Art die typischen sechseckigen Kristallblättchen, die häufig mit den spitzen Enden zu Zwillingen verwachsen sind, neben langgestreckten, rechteckigen Blättchen erhalten werden. (Fig. 3.) Größe $400 \times 100 \mu$. Bereits in der