

Als Einbettungsflüssigkeit wurden in der üblichen Weise bei niedrigeren Mischungen von Paraffinöl- $\alpha$ -Monobromnaphthalin, bei der Feststellung des höheren Brechungsindex Gemische von Jodmethylen und  $\alpha$ -Monobromnaphthalin verwendet. Auch von diesen Gemischen waren Standardlösungen in verschiedenen Verdünnungen in analoger Weise wie Paraffinöl- $\alpha$ -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

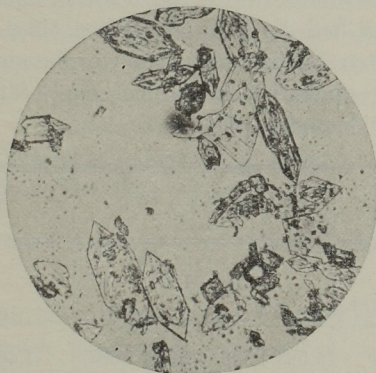


Fig. 3. Kristalle von Acetphenetidin aus Wasser umkristallisiert.

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

Literatur wird auf ein Schwanken der Indices innerhalb bestimmter Intervalle aufmerksam gemacht. Bei den in der geschilderten Weise erhaltenen Kristallen und Kristallfragmenten wurden am häufigsten die Indices 1,532 und 1,57, seltener der niedrigste und höchste Index 1,523 und 1,587 beobachtet. Diesem Übelstande, daß gerade der niedrigste und höchste Index am wenigsten zu beobachten sind, ist infolge der Unmöglichkeit der genauen Orientierung der Kristalle nicht beizukommen. Die Angabe der häufig auftretenden Indices kann daher nur als Erfahrungstatsache von rein praktischem Werte betrachtet werden, die eventuell durch die in diesen Fällen auftretende Lagerung und Entwicklung der Kristalle in bestimmten Richtungen begründet ist.

Im KEMPF'schen Apparat der Mikrosublimation unterworfen, wurden aus den Tabletten bei 70 bis 80° nach 10 Stunden Beschläge aus rechteckigen und quadratischen Platten neben langen und gedrungenen Nadeln erhalten. Die vorher angegebenen Indices konnten nur bei den Platten deutlich beobachtet werden.

Als Tabletten, bestehend aus Gemischen von Phenacetin mit einer anderen Substanz, wurden Tabletten der Firma Bayer aus Phenacetin und Veronal je 0,25 g untersucht.

Die Gegenüberstellung der diesen beiden Substanzen eigentümlichen Konstanten ließ die Schwierigkeiten einer raschen und einwandfreien direkten Beobachtung von vornherein mutmaßen. Die in der Literatur angegebenen Zahlen sind für die fraglichen chemischen Individuen folgende:

Kennzahlen		Phenacetin	Veronal
Sublimations- temperatur (MethodeMAYRHOFER)		115 — 120°	105 — 130°
Brechungsindices		1,523, 1,532, (1,57 bis 1,587)	1,463, 1,552, 1,577
Löslichkeit in Wasser:	kalt (15°)	1:1400	1:170
	heiß (100°)	1:70	1:17

Wie aus der vorstehenden Tabelle ersichtlich ist, greifen die Intervalle der Sublimationstemperaturen ineinander über. Dadurch werden bei der Mikrosublimation immer die beiden Substanzen nebeneinander erhalten werden. Bei beiden Substanzen ist in der Höhe der vorkommenden Brechungsindices ein gewisses Schwanken zu beobachten. Eine weitere Erschwerung der Bestimmung liegt darin, daß die Indices fast innerhalb derselben Grenzen liegen, so daß infolge der Schwankungen nur bei den niedersten Indices von einer sicheren Möglichkeit in der Identitätsfeststellung gesprochen werden kann, besonders da der niederste Index von Veronal aus der Reihe herausfällt. In der pulverisierten Tablette konnten an den verschiedenen Kristallfragmenten unter dem Polarisationsmikroskop am häufigsten die Indices 1,532 und 1,552, sowie auch die höheren 1,57 bis 1,587 gefunden werden, die niedrigsten, 1,523, bezw. 1,463, waren leider nur selten zu beobachten.

Dieselben Ergebnisse waren bei der Mikrosublimation zu erwarten, da bereits in früheren Arbeiten das seltene Auftreten des niedrigsten Index in Veronalsublimaten beobachtet worden war. Diese Vermutung konnte auch hier durch den Versuch bestätigt werden. Wie aus der Tabelle ersichtlich, zeigen die Löslichkeitsverhältnisse der beiden Substanzen in kaltem und heißem Wasser größere Unterschiede, so daß eine günstige, weitgehende Trennungsmöglichkeit in der fraktionierten Kristallisation aus Wasser gegeben war. Tatsächlich gelang es auch auf diesem Wege durch Erhitzen mit Wasser und rasches Abkühlen das in kaltem Wasser sehr schwer lösliche Phenacetin, aus der Mutterlauge das leichter lösliche Veronal in kristallisiertem Zustande zu erhalten. An den getrockneten Kriställchen konnten die bereits vorher angeführten Indices einwandfrei ermittelt werden.

### **Pyramidon- und Amidopyrin- (Dimethylamidoantipyrimin-) Tabletten.**

Die Undurchführbarkeit der Unterscheidung von Pyramidon und den damit chemisch identischen Präparaten unter den Namen Amidopyrin, Dimethylamidoantipyrimin, Dimopyran mit den in dieser Veröffentlichung in den Bereich der Untersuchungen gezogenen Kennzahlen wurde bereits früher festgestellt. Als Beispiele von Tabletten mit diesen Substanzen als wirksamen Inhaltsstoff seien folgende angeführt:

Dimethylamidopyrimin-Tabletten, Marke „Öster-